

MICROMIXER

Publication number: EP1718402 (B1)
Publication date: 2008-08-13
Inventor(s): EHRFELD WOLFGANG [DE]; HERBSTTRITT FRANK [DE]; MERKEL TILL [DE] +
Applicant(s): EHRFELD MIKROTECHNIK BTS GMBH [DE] +
Classification:
- international: **B01F13/00; B01F15/00; B01F5/00; F16K15/02; F16K15/06; F16K17/06; B01F13/00; B01F15/00; B01F5/00; F16K15/02; F16K17/06**
- European: B01F15/00G; B01F5/00C; F16K15/06C; Y01N6/00
Application number: EP20050707247 20050208
Priority number(s): WO2005EP01227 20050208; EP20040003471 20040217; DE200510003965 20050127; EP20050707247 20050208

Also published as:

EP1718402 (A1)
WO2005079964 (A1)
US2007291581 (A1)
KR20070009563 (A)
JP2007525319 (T)
AT404273 (T)

<< less

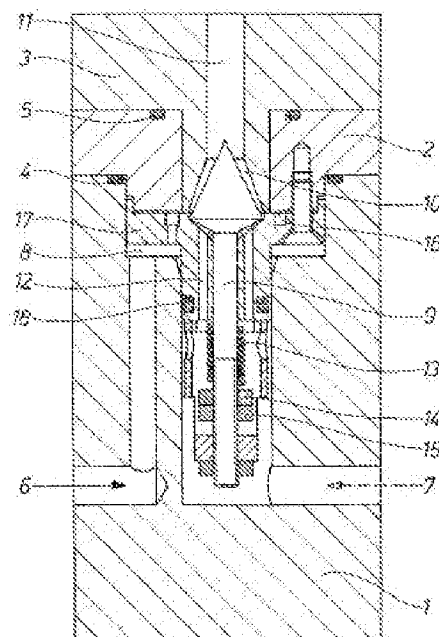
Cited documents:

US2003075101 (A1)
EP0603844 (A1)
US2003107946 (A1)
WO2004012864 (A1)
US2002081222 (A1)

Abstract not available for EP 1718402 (B1)

Abstract of corresponding document: **WO 2005079964 (A1)**

The invention relates to a micromixer for mixing at least two fluids that react to form precipitations or suspensions. The micromixer comprises a first channel for supplying a first partial flow (6) and a second channel for supplying a second partial flow (7). These flows empty into a mixing and reaction area (10) via narrow entrance gaps (19, 20) and leave the mixing and reaction area (10) via an outlet channel (11). The invention is characterized in that a reverse flow prevention is placed between the mixing and reaction zone (10) and at least one channel that supplies a partial flow (6, 7, 37).



Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide



(11)

EP 1 718 402 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
13.08.2008 Patentblatt 2008/33

(51) Int Cl.:
B01F 5/00 ^(2006.01) **B01F 15/00** ^(2006.01)
B01F 13/00 ^(2006.01) **F16K 15/02** ^(2006.01)
F16K 17/06 ^(2006.01) **F16K 15/06** ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **05707247.2**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2005/001227

(22) Anmeldetag: **08.02.2005**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2005/079964 (01.09.2005 Gazette 2005/35)

(54) **MIKROMISCHER**

MICROMIXER

MICRO-MELANGEUR

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR

(30) Priorität: **17.02.2004 EP 04003471**
27.01.2005 DE 102005003965

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.11.2006 Patentblatt 2006/45

(73) Patentinhaber: **Ehrfeld Mikrotechnik BTS GmbH**
55234 Wendelsheim (DE)

(72) Erfinder:
• **EHRFELD, Wolfgang**
55134 Mainz (DE)

• **HERBSTTRITT, Frank**
55232 Alzey (DE)
• **MERKEL, Till**
89073 Ulm (DE)

(74) Vertreter: **Lütjens, Henning**
Bayer Business Services GmbH
LP-PL
51368 Leverkusen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 603 844 WO-A-20/04012864
DE-A- 19 707 165 FR-A- 1 161 144
US-A- 3 540 474 US-A- 4 106 522
US-A1- 2002 078 993 US-A1- 2002 081 222
US-A1- 2003 075 101 US-A1- 2003 107 946

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 718 402 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Mikromischer zum Vermischen von mindestens zwei unter Bildung von Ausfällungen oder Suspensionen reagierenden Fluiden.

[0002] Durch den Einsatz mikrostrukturierter Bauteile in Apparaten zur Vermischung von Fluiden werden Vorteile bei der Produktqualität erzielt sowie Mischzeiten und Größe der erforderlichen Apparaturen im Vergleich zu herkömmlichen Aufbauten verringert. Ein wesentliches Merkmal mikrostrukturierter Bauteile sind die kleinen Abmessungen der Fluidkanäle, die typischerweise im Bereich zwischen 10 und 5.000 μm angesiedelt sind. Aus diesem Grund können beispielsweise mit Multilaminationsmischern feine Fluidlamellen erzeugt werden, zwischen denen aufgrund ihrer geringen Dicke ein schneller Stoffaustausch durch Diffusion erfolgen kann. Die kleinen Abmessungen der durchströmten Querschnitte verlangen allerdings auch besondere Maßnahmen, um sie im Betrieb gegen Ablagerungen und Verstopfungen zu schützen. So werden beispielsweise im Zulauf derartiger Bauteile Partikelfilter eingesetzt, wobei sich die Auswahl der Trenngrenze an den Abmessungen der Mikrostruktur orientiert.

[0003] Außer durch Partikel, die über die Zulaufkanäle für die einströmenden Medien in einen Mikromischer gelangen können, besteht auch aufgrund von chemisch-physikalischen Prozessen, die in den Bauteilen etwa nach einer Vermischung ablaufen, die Gefahr von Ablagerungen und Verstopfungen. So können feste Produkte zum Beispiel durch Fällung in Folge einer Neutralisationsreaktion; durch Überschreiten des Löslichkeitsprodukts oder durch Kristallisation des Reaktionsprodukts bei einer Umsetzung organischer oder anorganischer Verbindungen gebildet werden. Aus der DE 101 48 615 A1 ist ein Verfahren zur Durchführung chemischer Prozesse bekannt, bei denen mindestens zwei unter Ausbildung von Niederschlägen oder Suspensionen reagierende Fluide in einem Fluidkanäle aufweisenden Mikromischer zusammengeführt werden. Um Verstopfungen des Mikromischers zu verhindern, werden die mindestens zwei Fluide durch ein weiteres Trennfluid voneinander getrennt in eine Mischkammer oder eine Reaktionsstrecke eingeleitet. Eine vorzeitige Reaktion der Fluide wird dadurch vermieden und in einen unkritischen Bereich einer Mischervorrichtung verlagert. Eine weitere Möglichkeit, den Ablagerungen und Verstopfungen in den Mikrostrukturen vorzubeugen, wird in der DE 202 18 972 U1 beschrieben. Dort werden die Bauteile eines statischen Laminationsmikrovermischers so konstruiert, dass sie leicht zugänglich und leicht zu reinigen sind. Auf sehr einfache Weise können Suspensionen in mikrostrukturierten Bauteilen dann unter Ausschluss von Verstopfungen noch gehandhabt werden, wenn die Abmessungen der Mikrostrukturen deutlich größer sind als die auftretenden maximalen Partikelabmessungen. In der DE 100 31 558 A1 wird daher im Zusammenhang mit Verfahren zur Konditionierung organische Pigmente

empfohlen, die mikrostrukturierten Bereiche innerhalb eines Reaktors so zu dimensionieren, dass die kleinste lichte Weite der Mikrostrukturen in vorteilhafter Weise ungefähr zehnmal größer als der Durchmesser der größten Teilchen ist. Dadurch vergrößern sich jedoch auch die charakteristischen Abmessungen der Bauteile, und man spricht häufig nicht mehr von Mikro-, sondern von Minireaktoren. Auch wenn durch diese Maßnahmen Abhilfe bezüglich der Verstopfungsgefahr geschaffen wird, so verringert sich dadurch häufig auch der Nutzen, den die Mikrostrukturen für die Prozessführung und Produktqualität erbringen. Auf jeden Fall sollten zur Vermeidung von Ablagerungen in der Auslaufzone eines Mischers oder Reaktors Totvolumina und scharfe Umlenkungen in der Wandung vermieden werden. Kommt es dennoch zu Verstopfungen, so können aktive Reinigungsmaßnahmen Abhilfe schaffen. In der DE 101 43 189 A1 werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zur prozessbegleitenden Reinigung von Mikro- und Minireaktoren beschrieben. Dabei wird der Mikro- bzw. Minireaktor durch eine kontrollierte Druckerhöhung mit anschließender plötzlicher Entspannung oder durch einen Gasdruckstoß zyklisch oder mit Hilfe einer Regelung gereinigt. So wird Wandbelag, der sich beispielsweise aus an der chemischen Synthese oder dem physikalischen Prozess beteiligten Feststoffen gebildet hat, nahezu vollständig abgetragen. Ergänzend oder alternativ zu solchen Reinigungsverfahren sind auch besondere konstruktive Maßnahmen und spezielle Arten der Prozessführung bekannt, welche die Ausbildung von Wandbelägen und die Verstopfung der mikrostrukturierten Bauteile verhindern. Wie bereits oben erwähnt, ist aus der DE 101 48 615 A1 der Einsatz eines Trennfluids bekannt. Das Trennfluid kann allerdings die Reaktion nachteilig beeinflussen, indem es zu einer Verdünnung einer einphasigen Mischung führt und die Übersättigung für die Fällungsreaktion und damit die Ausbeute der Umsetzung verringert. Außerdem muss ein solches Trennfluid anschließend vom Produktstrom abgetrennt werden. In der DE 101 19 718 A1 wird ein Aufbau zur Herstellung inhalierfähiger Arzneistoffe beschrieben, der aus einem Mikromischer, einem Segmenter und einer anschließenden Verweilstrecke besteht. Im Mikromischer werden beispielsweise zwei flüssige Komponenten vermischt, die im Segmenter in einzelne Einheiten aufgeteilt werden, wobei die einzelnen Einheiten durch eine andere Phase voneinander getrennt werden. Dieses zweiphasige System wird dann in einer Verweilstrecke aufgeheizt, um die Reaktion einzuleiten, die zur Feststoffbildung führt. Die Segmentierung der reagierenden Phase verhindert dabei die Bildung größerer Agglomerate. Des Weiteren ist es bekannt, Strömungseffekte auszunutzen, um kleine Feststoffeinheiten zu erzeugen. So wird in der EP 1 165 224 B1 beschrieben, wie mindestens zwei flüssige Medien aus Mikrodüsen in dünnem Strahl unter hohem Druck aufeinander geschossen werden. Im Kollisionspunkt werden dadurch feine Tröpfchen erzeugt, in denen dann physikalisch-chemische Umwandlungen ab-

laufen und deren Größe auch die Größe der festen Reaktionsprodukte bestimmt. Diese werden durch einen Hilfsstrom abgeführt, das kann ein Gas oder eine Flüssigkeit sein, die anschließend abgetrennt werden müssen. In der DE 198 51 253 A1 wird die Herstellung von Bisphenol A unter Verwendung einer kontrollierten Turbulenz beschrieben. Die Turbulenz wird durch eine geeignete Strömungsführung erzeugt, und mit ihr lassen sich Form und Größe der Teilchen einstellen. Die EP 0 913 187 B1 beschreibt ein Verfahren zur kontinuierlichen Polymerisation mit einem Mikromischer für Reaktionsflüssigkeiten. Zur Herstellung von Polymeren werden dort zwei oder mehr Monomere aus Düsen ausgespritzt und in einem oder mehreren Schritten zusammengeführt. Die Mischungen werden dann mittels Druck aus der Mischkammer geleitet. Der Punkt des Aufeinanderprallens zweier Strahlen von Fluiden liegt in einiger Entfernung von den Düsen, mit denen die Fluide im Winkel aufeinander gespritzt werden, so dass eine Verstopfung der Düsen ausgeschlossen werden kann. Die WO 01/62374 A2 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Nanosuspensionen. Dabei treten die Fluide nach ihrer Vermischung in einer Mischkammer in eine Düse ein, die sie über einen Auslaufkanal verlassen. Die Vermischung wird durch Turbulenzen erzielt, so dass Ablagerungen und Verstopfungen der Mikrostrukturen auf diese Weise vorgebeugt wird. Dokument DE-A-197 07 165 offenbart einen Mischer gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1. Zusammenfassend ist festzustellen, dass die bisher verwendeten Lösungen gegen Ablagerungen und Verstopfungen der Mikrostrukturen in den folgenden Maßnahmen bestehen: Die Bauteile der Mikrostrukturen werden so konstruiert, dass sie gut zugänglich und leicht zu reinigen sind, auch werden sie deutlich größer als die Partikel gebaut, darüber hinaus können Verweilstrecken und zusätzliche Kanäle für Hilfsströme vorgesehen sein. Die Verfahren zur Vermeidung von Ablagerungen und Verstopfungen an Mikroreaktoren sehen eine prozessbegleitende Reinigung vor, geeignete Strömungsführungen, Vermischungen fern der Zuleitungskanäle oder Erzeugung von Turbulenzen. Allen Maßnahmen ist gemein, dass sie die Effizienz der Mikroreaktoren beeinträchtigen oder großen zusätzlichen Aufwand bedeuten.

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, einen Mikromischer zum Vermischen von mindestens zwei Fluiden zur Verfügung zu stellen, der eine schnelle und effiziente Vermischung der Fluide gewährleistet und gleichzeitig gute Beständigkeit gegenüber unerwünschten Ablagerungen und Verstopfungen in der Mikrostrukturen aufweist.

[0005] Die Aufgabe wird überraschenderweise durch den erfindungsgemäßen Mikromischer gelöst.

[0006] Gegenstand der Erfindung sind daher Mikromischer zum Vermischen von mindestens zwei unter Bildung von Ausfällungen oder Suspensionen reagierenden Fluiden mit den Merkmalen des Anspruchs 1.

[0007] Der erfindungsgemäße Mikromischer zum Vermischen von mindestens zwei unter Bildung von Ausfäll-

lungen oder Suspensionen reagierenden Fluiden weist einen ersten Kanal für die Zufuhr eines ersten Teilstroms und einen zweiten Kanal für die Zufuhr eines zweiten Teilstroms auf. Beide Kanäle münden vorzugsweise in schmalen Eintrittsspalten in eine Misch- und Reaktionszone und verlassen diese über einen Auslasskanal. Zwischen der Misch- und Reaktionszone und mindestens einem Kanal für die Zufuhr eines Teilstroms ist eine Rückströmsperre angeordnet. Als Vorteil des erfindungsgemäßen Mikromischers erweist es sich, dass in der Misch- und Reaktionszone keine Rückströmungen auftreten. Dadurch werden die damit verbundenen Fällungsreaktionen in den Einlaufbereichen der Misch- und Reaktionszone vermieden. In der Misch- und Reaktionszone erfolgt die primäre Keimbildung für die später erfolgenden Ausfällungen und Kristallisationsprozesse. Zur Herstellung fein disperser Feststoffe, wie sie in Ausfällung oder Suspensionen auftreten, müssen hohe Keimbildungsraten erzielt werden. In großtechnischen Prozessen werden daher in entsprechenden Misch- und Reaktionszonen hohe Schergeschwindigkeiten durch schnelle Strömungen oder intensives Rühren realisiert. Hohe Keimbildungsraten mit Hilfe mikrostrukturierter Bauteile lassen sich erzielen, wenn feine Fluidstrahlen in ein strömendes Fluid injiziert werden. Die zugeführten Fluide können selbst bereits partikelhaltig sein.

[0008] Vorteilhafte Ausführungsformen des Mikromischers sind Gegenstand der Unteransprüche.

[0009] Ein gleichmäßiges Wachstum gebildeter Keime zu einheitlicher Partikelgröße setzt voraus, dass sich der Misch- und Reaktionszone ein gleichförmiges Strömungsfeld mit niedrigen Geschwindigkeiten anschließt. Dies wird mit Vorteil realisiert durch einen Auslasskanal mit einer glatten und sich aufweitenden Geometrie.

[0010] Die Rückströmsperre des Mikromischers ist vorzugsweise als Rückschlagventil oder als Membrananordnung ausgebildet. Die Vorspannung der Feder des Rückschlagventils kann mit Hilfe von mechanischen Mitteln eingestellt werden. In einer besonders vorteilhaften Ausführung kann die Federvorspannung und/oder die Federkonstante und damit der Ansprechdruck bzw. das Öffnungsverhalten des Rückschlagventils während des Betriebs des Mischers von außen eingestellt werden. Insbesondere bei einer Einbindung des Rückschlagventils in einen externen Regelkreis erweist sich die Verwendung eines elektrischen, pneumatischen, hydraulischen oder elektromagnetischen Antriebs für das Rückschlagventil als vorteilhaft.

[0011] In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform des Mischers, kann die Breite wenigstens eines der Eintrittsspalte und/oder die charakteristische Dimension der Misch- und Reaktionszone während des Betriebs des Mischers kontinuierlich oder stufenweise eingestellt werden. Die Einstellung dieser Größen kann dabei durch mechanischen, pneumatischen, hydraulischen, piezoelektrischen, elektrostatischen oder elektromagnetischen Antrieb erfolgen. In einer besonders vorteilhaften Ausführung des Mischers können diese Größen darüber

hinaus als Stellgrößen in einen Regelkreis eingebunden werden.

[0012] Als Regelgrößen für die Einstellung des Ansprechdrucks bzw. Öffnungsverhaltens des Rückschlagventils, der Breite wenigstens einer der Eintrittsspalte und/oder der charakteristischen Dimension der Misch- und Reaktionszone werden bevorzugt chemische oder physikalische Eigenschaften des Misch- bzw. Reaktionsprodukts, insbesondere solche, die sich durch eine schnelle online-Messung ermitteln lassen, wie z.B. Temperatur, Farbe, Lichtstreu- oder Absorptionsverhalten, pH-Wert oder elektrische Leitfähigkeit, herangezogen.

[0013] Die Eintrittsspalte für die verschiedenen Teilströme können linear - dann vorzugsweise parallele oder radial, oder gekrümmt - dann vorzugsweise ringförmig konzentrisch oder axial in Folge - angeordnet sein. Linear angeordnete Eintrittsspalte eignen sich in besonders vorteilhafter Weise, um erfindungsgemäße Mikromischer für hohe Volumenströme; z.B. oberhalb einiger 100 L/h zu realisieren. Im Fall einer ebenfalls vorteilhaften ringförmigen konzentrischen Anordnung kann die Rückstromsperre sowohl Bestandteil des inneren und/oder des äußeren Kanals sein. Für den Fall, dass das Rückschlagventil Bestandteil des inneren Kanals ist, ist die Funktionsweise des Mixers in den Figuren 1 bis 5 beschrieben. Im Fall einer weiteren vorteilhaften Ausführung mit zwei ringförmigen, mit Membranventilen als Rückstromsperren versehenen Eintrittsspalten in axialer Anordnung ist die Funktionsweise des Mixers in Figur 6 beschrieben. Der ebenfalls vorteilhafte Fall eines im äußeren Eintrittsspalt ausgebildeten Rückschlagventils ist in Figur 8 dargestellt.

[0014] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht der Mikromischer aus mindestens einem innen liegenden als auch einem außen liegenden Rückschlagventil, siehe Figur 9. Die in Figur 10 dargestellte Ausführungsform der Erfindung ermöglicht dabei zusätzlich das Mischen von mehr als zwei Komponenten.

[0015] Die in die Misch- und Reaktionszone zulaufenden Teilströme können in vielfältiger Weise durch eine entsprechende Gestaltung der Strömungsführung aufgefächert werden, wodurch die Mischgeschwindigkeit und damit die Keimbildungsrate erhöht wird. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung, wie sie in den Figuren 1d, 2b, 3a und 3b dargestellt sind, werden mit Schlitz versehenen Platten, z.B. mit radialen Schlitz versehenen Platten (16), eingelegt, die den Teilstrom bzw. die Teilströme in eine Vielzahl von Teilstrahlen aufspalten. In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung werden bestimmte Strukturen, wie z.B. eine Riffelung auf die Kanalwände oder, wie in Figur 4 dargestellt, unmittelbar im Einstrombereich des jeweiligen Teilstroms auf den Rand des Rückschlagventils aufgebracht.

[0016] In einer weiteren vorteilhaften Ausführung des erfindungsgemäßen Mikromixers ist die Rückstromsperre elektrisch, pneumatisch, hydraulisch oder elektromagnetisch ansteuerbar. Besonders vorteilhaft ist da-

bei eine Ausführung, bei der die Rückstromsperre durch einen äußeren Erreger mit hoher Frequenz periodisch bewegt werden kann. Besonders bevorzugt ist hier Ausführung als Rückschlagventil mit einem leichten Ventilteller und periodischer Erregung durch einen Piezoschwinger oder Elektromagneten. Als Erregerfrequenzen sind hierbei Frequenzen im Mega-Hertz-Bereich besonders bevorzugt.

[0017] Für den Einsatz des erfindungsgemäßen Mixers bei hohen Volumendurchsätzen der eingehenden Teilströme ist bevorzugt eine Mischereinheit bestehend aus mehreren parallel betriebenen identischen Anordnungen von Eintrittsspalten mit jeweils separaten Rückstromsperren und Mischzonen in einem gemeinsamen Gehäuse und mit gemeinsamer Fluidzuführung einzusetzen, wobei die Fluidzuführung zu den einzelnen Anordnungen bevorzugt derart gestaltet und die Öffnungsdrücke der einzelnen Rückstromsperren, derart aufeinander abgestimmt sind, dass in allen Mischzonen der Mischereinheit im Betrieb dieselben Mischungs- und Strömungsverhältnisse herrschen.

[0018] Die erfindungsgemäßen Mikromischer werden bevorzugt durch Verfahren der Feinwerktechnik und Mikrofertigungstechnik hergestellt. Dies umfasst alle gängigen Methoden, wie z.B. die spanabhebende Bearbeitung, Funkenerosion oder Materialbearbeitung mit Laserstrahlung. Wird ein Rückschlagventil als Rückstromsperre eingesetzt, so wird dessen Dichtwirkung in vorteilhafter Weise durch Ausstattung mit einer Elastomerdichtung erreicht. In einer anderen vorteilhaften Ausführung wird die Dichtwirkung des Rückschlagventils durch Einschleifen des Ventilkonus in seinen Sitz erreicht. Diese Form der Dichtung eignet sich in besonders vorteilhafter Weise, wenn der Mixer bei hohen Temperaturen eingesetzt werden soll.

[0019] Die Mikromischer können dabei vorteilhaft aus den in der Verfahrenstechnik gängigen Materialien wie Edelstählen, Nickelbasis-Legierungen, Titan- oderantal gefertigt werden. Insbesondere bei Einsatz der Mikromischer unter hohen Temperaturen oder mit korrosiven Medien sind jedoch auch bevorzugt keramische Materialien wie z.B. Aluminiumoxid, Zirkonoxid, Siliziumnitrid, Aluminiumnitrid oder Siliziumcarbid einzusetzen.

[0020] Die erfindungsgemäßen Mikroreaktoren werden dabei bevorzugt für Kristallisations- und Fällungsreaktionen eingesetzt.

[0021] Wenn in den Mikromischer Substanzen eindringen, die spontan kristallisieren, ist es sinnvoll, die Rückstromsperren mit Reinigungsstiften zu versehen, die vorzugsweise eine nadelförmige Spitze aufweisen. Die Reinigungsstifte befreien die Mikrostrukturen bei jedem Öffnungs- und Schließvorgang von etwaigen Ablagerungen. Die Reinigungsstifte können entweder entgegen der Strömungsrichtung in eine betreffende Austrittsöffnung eingeführt werden oder in Strömungsrichtung. Werden etwaige Ablagerungen durch die Reinigungsstifte in Strömungsrichtung herausgedrückt, so erweist sich das als besonders vorteilhaft. Die Mikrostrukturen können auch

durch kurzzeitiges Betätigen der Rückströmsperren im laufenden Betrieb mit Hilfe der Reinigungsstifte von Ablagerungen befreit werden. Der Betrieb muss dafür nicht unterbrochen werden. Das kurzzeitige Schließen zu Reinigungszwecken kann manuell, über gezielt aufgebrachte Druckschwankungen oder über einen externen Regelkreis ausgelöst werden.

[0022] Die Zuführung der Teilströme in einen kreis- oder ringförmigen Querschnitt kann unter hohem Druck und aus feinen Düsen erfolgen. Da Kristallisationsprozesse in verschiedenen Phasen ablaufen, die durch die Schergradienten beeinflusst werden, ist das Aufeinandertreffen der Teilströme unter verschiedenen Winkeln vorteilhaft, um unterschiedliche Geschwindigkeitsgradienten zwischen den Teilströmen zu realisieren. Die Teilströme treffen bevorzugt in einem Winkel zwischen 5 und 175° aufeinander. Treffen die Teilströme in spitzen Winkeln aufeinander, so weist eine Hauptkomponente ihre Bewegung in Ausströmrichtung, so dass sich die Relativgeschwindigkeiten der einzelnen Teilströme langsam angleichen. Auf diese Weise können am Einspritzpunkt hohe Schergradienten realisiert werden, um die Keimbildung zu begünstigen. Die nachfolgende Abnahme der Relativgeschwindigkeiten wirkt sich günstig auf das Kristallwachstum aus. Bei einer Einspritzung eines Teilstroms im rechten Winkel können höhere Geschwindigkeitsgradienten in der Nähe der Dosierstelle realisiert werden, woraus eine hohe Keimbildungsrate resultiert. Anschließend kann ein erster Teilstrom durch einen zweiten Teilstrom in Ausströmrichtung bewegt werden, wobei sich die Relativgeschwindigkeit zwischen den Teilströmen verringert. Die Keimbildungsrate lässt sich weiter steigern, wenn die Einspritzung unter einem stumpfen Winkel erfolgt, beispielsweise 175°. In diesem Fall treten die größten Geschwindigkeitsgradienten an der Einspritzstelle auf.

[0023] Kristallisations- und Fällungsprodukte bedürfen in vielen Fällen einer weiteren Behandlung, um beispielsweise den pH-Wert im Produktstrom durch Nachdosierung einer Säure oder einer Lauge zu regeln oder mit Hilfe von Inhibitoren oder Stabilisatoren die Kristallgröße zu steuern. Oft sind dafür weitere Dosierstellen erforderlich. Diese können in einem oder in mehreren hintereinander geschalteten Apparaturen realisiert werden. In diesem Zusammenhang kann es auch notwendig sein, die zuströmenden Medien, ein gesamtes Bauteil, die Misch- und Reaktionszone oder weitere sich anschließende Bauteile gezielt zu temperieren.

[0024] Eine Beeinflussung der Partikelgröße der gebildeten Kristallisations- oder Fällungsprodukte kann erfolgen, indem der Querschnitt des Auslasskanals regelmäßig oder unregelmäßig gestaltet wird. Aufgrund ihrer gegenüber dem Medium unterschiedlichen Dichte bewegen sich die Fällungsprodukte meist mit geringerer Geschwindigkeit als die strömende Flüssigkeit. An einer Engstelle kommt es zu einer Beschleunigung der Strömung, an einer Erweiterung zu einer Beruhigung der Strömung. Auf diese Weise können gezielt Geschwin-

digkeitsgradienten aufgeprägt werden, die eine Zerschlagung großer Aggregate oder deren Vergrößerung bewirken.

[0025] Fällungs- und Kristallisationsprodukte neigen in Abhängigkeit von ihren Eigenschaften, der Wandrauigkeit und den Strömungsbedingungen zur Ablagerung an den Wandungen des Mikromischers. Es erweist sich daher als günstig, die ausströmenden Produkte im Auslasskanal in einen Mantelstrahl einzuschließen, der zwischen der Wandung des Auslasskanals und dem ausströmenden Produkt als geschlossener Film zugeleitet wird.

[0026] In einer anderen vorteilhaften Ausführungsform des Mikromischers ist dieser im Bereich des Auslasskanals aus einem gegen Anhaftungen besonders resistenten Material, wie z.B. PTFE, gefertigt, die Wandung des Auslasskanals ist mit einem solchen Material beschichtet und/oder die Oberfläche dieser Wandung ist z.B. durch Einsatz eines Politur oder Elektropoliturverfahrens; besonders glatt ausgeführt.

[0027] Bei der Erzeugung von Partikeln oder Nanopartikeln ist vorzugsweise wenigstens einer der dem Mischer zugeführten Teilströme eine Flüssigkeit, Gas, ein kondensiertes Gas, ein überkritisches Lösungsmittel, ein Nebel, ein Gas mit festen, gegebenenfalls katalytisch aktiven Bestandteilen oder eine Emulsion, oder ein sich infolge der in der Mischzone stattfindenden Prozesse im Mischer bildendes Medium.

[0028] Bei den Fällungsreaktionen kann die Reaktion beispielsweise durch die Zufuhr eines weiteren Stroms unterbrochen werden oder es können weitere Schichten anderer Feststoffe auf die durch Fällung erzeugten Partikel aufgebracht werden. Auf diese Weise eignet sich der Mischer u.a. vorteilhaft zur Erzeugung von Partikeln bzw. Nanopartikeln mit mehreren, in konzentrischer Abfolge angeordneten Schichten aus unterschiedlichen Substanzen. Zur Beeinflussung der Teilchengröße sowie zwecks Überführung der erzeugten Partikel in eine andere fluide Phase können ferner oberflächenaktive Substanzen zum Produktstrom zugeführt werden.

[0029] Der erfindungsgemäße Mischer ermöglicht zudem die Herstellung von Nanopartikeln in der Gasphase, wobei wenigstens einer der zugeführten Teilströme bereits fein verteilte Partikel wie z.B. Nanopartikel mit katalytischer Wirkung enthalten kann. Auf diese Weise kann der Mischer z.B. vorteilhaft zur Vermischung von mit katalytisch aktiven Nanopartikeln versetzten gasförmigen Kohlenwasserstoffen und Ammoniakgas verwendet werden, um durch chemische Umsetzung des so erzeugten Gemischs Kohlenstoff-Nanoröhren zu erzeugen.

[0030] Ferner ist mit dem Mischer vorteilhaft die In-Situ-Herstellung von Emulsionen möglich, welche somit auch dann für die Durchführung von Fällungs- und Kristallisationsreaktionen sowie für die Herstellung von Nanopartikeln genutzt werden können, wenn sie sehr instabil sind.

[0031] Eine weitere vorteilhafte Verwendung des Mi-

schers besteht in der Fällung bzw. Kristallisation von Partikeln unter Verwendung überkritischer Lösungsmittel sowie hoch komprimierter oder kondensierter Gase, da der Mikromischer in besonders vorteilhafter Weise das Arbeiten bei hohen Drücken ermöglicht. Im Falle einer solchen Verwendung kann das Mischungsprodukt stromabwärts hinter dem Mischer auf vorteilhafte Weise durch adiabatische Entspannung des Trägermediums abgekühlt werden. Eine solche Abkühlung kann sehr schnell erfolgen und damit in vorteilhafter Weise eine schnelle Keimbildung einleiten oder aber sehr kurz nach dem Einsetzen des Partikelwachstums die chemische Reaktion bzw. ein weiteres Partikelwachstum stoppen.

[0032] Diese Verwendungen sind ebenfalls Gegenstand der Erfindung.

[0033] Für komplexere, z.B. mehrstufige Reaktionen kann der erfindungsgemäße Mischer auch mit weiteren Bauelementen kombiniert werden, die zum Aufbau eines Mikroreaktionssystems notwendig sind, wie z.B. Wärmetauscher, elektrische Heizmodule (27), thermische Isolatoren (25), weitere durchströmbare Dosierstellen (26) bzw. Mischer, wie z.B. Mantelstrommischer, Steuerungseinheiten etc. sowie Messeinrichtungen, z.B. zur Ermittlung von Temperaturen, Druck, pH-Wert, elektrischen oder optischen Eigenschaften der durchströmenden Substanzen. Insbesondere Stromabwärts des Mikromischers sind dabei bevorzugt solche Komponenten einzusetzen, die nicht durch die im Mischer erzeugten Partikel verstopfen oder sonst in ihrer Funktion beeinträchtigt werden und/oder sich mit geringem Aufwand demontieren und reinigen lassen.

[0034] Stromabwärts hinter dem Mischer angeordnete Dosierstellen können auch zur Temperierung des Produktstroms eingesetzt werden, indem sie diesem ein geeignet temperiertes Fluid zuführen.

[0035] Der erfindungsgemäße Mikromischer wird anhand der folgenden Figuren beispielhaft erläutert.

[0036] Es zeigen:

Figur 1a einen erfindungsgemäßen Mikromischer, insbesondere einen Ventilmischer, mit Rückschlagventil im Längsschnitt,

Figur 1b eine vergrößerte Ansicht des Mikromischers der Figur 1a auf die Umgebung der Misch- und Reaktionszone,

Figur 1c die Strömungsverläufe im Mikromischer aus Figur 1a,

Figur 1d die Strömungsverläufe in der vergrößerten Ansicht der Figur 1b,

Figur 2a eine Abstandsscheibe zur Einstellung der Höhe des Eintrittsspalts für den ersten Teilstrom,

Figur 2b eine Abstandsscheibe mit mikrostrukturierter

ter Ausgestaltung,

Figur 3a eine perspektivische Ansicht auf die Misch- und Reaktionszone des Mikromischers mit Rückschlagventil,

Figur 3b einen Querschnitt durch die Misch- und Reaktionszone der Figur 3a,

Figur 4 einen Längsschnitt durch einen Ventilstößel mit mikrostrukturierter Ausgestaltung der Oberfläche mit einer vergrößerten Ansicht in Wandnähe,

Figur 5a einen Längsschnitt durch einen Ventilmischer mit schmalen ersten Eintrittsspalt und geschlossenem Rückschlagventil,

Figur 5b einen Längsschnitt durch den Ventilmischer aus Figur 5a mit geöffnetem Rückschlagventil,

Figur 5c einen Längsschnitt durch einen Ventilmischer mit breitem ersten Eintrittsspalt und geschlossenem Rückschlagventil,

Figur 5d einen Längsschnitt durch den Ventilmischer aus Figur 5c mit geöffnetem Rückschlagventil,

Figur 6a einen erfindungsgemäßen Mikromischer mit Membrananordnung im Längsschnitt,

Figur 6b eine vergrößerte Ansicht des Mikromischers der Figur 6a im Umgebungsbereich der Misch- und Reaktionszone,

Figur 6c die Strömungsverläufe im Mikromischer der Figur 6b,

Figur 6d die Strömungsverläufe in der vergrößerten Ansicht der Figur 6b,

Figur 7 einen erfindungsgemäßen Ventilmischer in Kombination mit einer weiteren Dosierstelle und einem beheizten Auslasskanal.

Figur 8 einen Ventilmischer mit einem außen liegenden Rückschlagventil

Figur 9 einen Ventilmischer mit einem außen liegenden und einem innen liegenden Rückschlagventil

Figur 10 einen Ventilmischer mit einem innen liegenden und einem außen liegenden Rückschlagventil, welcher einen zusätzlichen Strömungskanal und Eintrittsspalt zur Zufüh-

nung eines weiteren Teilstroms ausgebildet hat.

Figur 11 einen Ventilmischer für große Volumenströme, der als parallele Anordnung mehrerer identischer Ventilmischereinheiten in einem gemeinsamen Gehäuse mit gemeinsamer Zuführung der Teilströme sowie gemeinsamen, Abführung des Mischungsprodukts ausgebildet ist.

[0037] In der Figur 1a ist ein erfindungsgemäßer Ventilmischer im Längsschnitt dargestellt. Der Ventilmischer besteht aus einem Grundkörper 1, aus einem Mittelteil 2 und aus einem Deckel 3. Diese drei Bauelemente werden nach außen durch zwei O-Ringe 4, 5 abgedichtet. Dabei ist der erste O-Ring 4 zwischen dem Grundkörper 1 und dem Mittelteil 2 angeordnet, und der zweite O-Ring 5 befindet sich zwischen dem Mittelteil 2 und dem Deckel 3. Die beiden Teilströme 6, 7 treten von links und von rechts in den Grundkörper 1 ein. Sie sind jeweils durch horizontal verlaufende schwarze Pfeile angedeutet. Der erste Teilstrom 6 wird im linken Bereich des Grundkörpers 1 durch eine Bohrung nach oben geführt, die in einen Ringkanal 8 für den ersten Teilstrom 6 mündet. Aus dem Ringkanal 8 tritt der erste Teilstrom 6 knapp oberhalb eines Ventilstößels 9 in eine Misch- und Reaktionszone 10. Der zweite Teilstrom 7 wird zentral durch den Mikromischer geführt. Er umströmt den Ventilstößel 9 und wird über mehrere Bohrungen 12 der Unterseite des Kopfes des Ventilstößels 9 zugeleitet und gelangt von dort in die Misch- und Reaktionszone 10. Das Reaktionsgemisch, bestehend aus dem ersten Teilstrom 6 und dem zweiten Teilstrom 7, wird über einen Auslasskanal 11 abgeleitet. Der Ventilstößel 9, die Misch- und Reaktionszone 10 und der Auslasskanal 11 sind rotationssymmetrisch ausgeführt. Durch die Einstellung einer Spiralfeder 13, einer Mutter 14 und einer Kontermutter 15 wird die Kraft festgelegt, die erforderlich ist, um den Ventilstößel 9 nach oben zu verschieben. Diese Kraft muss aufgebracht werden durch die Druckdifferenz, die zwischen dem Druck in den Bohrungen 12 für den zweiten Teilstrom 7 und der Misch- und Reaktionszone 10 besteht. Durch diese Druckdifferenz wird der Ventilstößel 9 nach oben verschoben und gibt den Weg für den zweiten Teilstrom 7 in die Misch- und Reaktionszone 10 frei. Kommt es zu einem Druckabfall in den Bohrungen 12 oder steigt durch Ablagerungen und Verstopfungen in der Misch- und Reaktionszone 10 oder im Auslasskanal 11 der Druck stark an, so wird der Ventilstößel 9 nach unten gegen den Ventilkörper 17 gedrückt, und eine Rückströmung aus der Misch- und Reaktionszone 10 in den Zulaufbereich für den zweiten Teilstrom 7 verhindert. Der Mikromischer ist also mit einer Rückströmsperre für den zweiten Teilstrom 7 in der Form eines Rückschlagventils ausgestattet. Die Dichtwirkung lässt sich weiterhin dadurch verbessern, dass zwischen dem Ventilstößel 9 und dem Ventilkörper 17 eine Elastomerdichtung eingesetzt wird, die hier nicht

abgebildet ist. Der Ventilkörper 17 wird durch einen dritten O-Ring 18 gegen den Grundkörper 1 abgedichtet, so dass eine Vermischung der beiden Teilströme 6, 7 außerhalb der Misch- und Reaktionszone 10 ausgeschlossen ist. Zwischen dem Ventilkörper 17 und dem Mittelteil 2 des Mikromischers befindet sich eine flache Abstandsscheibe 16, die in verschiedenen Stärken, bevorzugt in einer Dicke zwischen 20 und 5.000 μm , ausgeführt ist. Durch eine Variation der Scheibendicke der Abstandsscheibe 16 ändert sich die Breite des Spalts zwischen dem Ventilkörper 17 und dem Mittelteil 2, aus dem der erste Teilstrom 6 in die Misch- und Reaktionszone 10 einströmt.

[0038] Die Figur 1b stellt eine vergrößerte Ansicht auf die Umgebung der Misch- und Reaktionszone 10 des Mikromischers der Figur 1a dar. Die Führung der beiden Teilströme 6, 7 ist hier besonders deutlich zu erkennen. Der erste Teilstrom 6 gelangt aus dem Ringkanal 8 über einen ersten Eintrittsspalt 19, dessen Breite durch die Abstandsscheibe 16 bestimmt wird, in die Misch- und Reaktionszone 10. Durch die gleichförmige Dicke des ersten Eintrittsspalts 19 strömt der erste Teilstrom 6 als geschlossener Film aus dem Ventilkörper 17 aus. Dahinter trifft der erste Teilstrom 6 auf den ebenfalls als geschlossener und gleichförmiger Film austretenden zweiten Teilstrom 7. Der zweite Teilstrom 7 tritt aus einem zweiten Eintrittsspalt 20 zwischen dem Ventilstößel 9 und dem Ventilkörper 17 aus. In der Folge strömen die beiden als Filme ausgebildeten Teilströme 6, 7 parallel zueinander durch die Misch- und Reaktionszone 10 zum Auslasskanal 11. Eine Verbesserung der Mischgüte wird erreicht, wenn die Abstandsscheibe 16 mikrostrukturiert ist.

[0039] Die Figuren 1c und 1d geben jeweils die Strömungsverläufe der Figuren 1a und 1b wieder. Auf Bezugszeichen wurde verzichtet. Die Strömungsverläufe sind jeweils durch die schwarzen Pfeile dargestellt.

[0040] In den Figuren 2a und 2b sind jeweils Abstandsscheiben 16 dargestellt, wie sie zur Einstellung der Höhe des ersten Eintrittsspalts 19 zwischen dem Ventilkörper 17 und dem Mittelteil 2 für den ersten Teilstrom 6 verwendet werden. Die Abstandsscheibe 16 der Figur 2b unterscheidet sich von der in der Figur 2a dadurch, dass sie zusätzlich eine mikrostrukturierte Ausgestaltung im Bereich des ersten Eintrittsspalts 19 für den ersten Teilstrom 6 aufweist. Durch die Abstandsscheibe 16 in der Figur 2b kann eine Verbesserung der Vermischung der beiden Teilströme 6, 7 erzielt werden, da der geschlossene Film des ersten Teilstroms 6 in mehrere Einzelstrahlen zerlegt wird und die Geschwindigkeit dieser Einzelstrahlen am ersten Eintrittsspalt 19 deutlich erhöht wird, so dass die Strahlen in den zweiten Teilstrom 7 eindringen und von diesem umschlossen werden. Auf diese Weise werden die Vorteile der Mikrotechnik für die Erzeugung kleiner Fluidlamellen ausgenutzt, ohne dass es zu Ablagerungen und Verstopfungen der Mikrostrukturen kommt.

[0041] Die Figuren 3a und 3b stellen Strömungsver-

läufe in der Misch- und Reaktionszone 10 dar. Dabei ist die Figur 3a eine perspektivische Ansicht auf die Misch- und Reaktionszone 10, wobei eine Abstandsscheibe 16 gemäß der Figur 2b verwendet wurde. Der erste Teilstrom 6 ist durch die schwarzen Pfeile 6 angedeutet, und der zweite Teilstrom 7 ist durch weiße Pfeile dargestellt. Es ist zu erkennen, dass der erste Teilstrom 6 in mehrere Einzelstrahlen zerlegt worden ist, die vom zweiten Teilstrom 7 jeweils umschlossen werden. In der Figur 3b ist ein Querschnitt durch die Misch- und Reaktionszone 10 der Figur 3a mit dem entsprechenden Strömungsverlauf des ersten Teilstroms 6 und des zweiten Teilstroms 7 wiedergegeben.

[0042] Die Figur 4 stellt einen Ventilstößel 9 mit einer strukturierten Mikrooberfläche 21 dar. Die strukturierte Mikrooberfläche 21 ist eingekreist und rechts in einem Kreis vergrößert wiedergegeben. Durch die strukturierte Mikrooberfläche 21 wird der ansonsten als geschlossener Fluidfilm zwischen dem Ventilstößel 9 und dem Ventilkörper 17 aus dem zweiten Eintrittsspalt 20 austretende zweite Teilstrom 7 in mehrere Einzelstrahlen aufgeteilt. Die Strukturen der strukturierten Mikrooberfläche 21 sind vorzugsweise zwischen 50 und 3.000 µm hoch, und sie werden so in der Misch- und Reaktionszone 10 angeordnet, dass die Stege bei geschlossenem Ventilstößel 9 an die Wand anschließen, so dass der zweite Teilstrom 7 tatsächlich in separate Einzelstrahlen aufgeteilt wird. Auf diese Weise wird über den Strömungsquerschnitt des zweiten Teilstroms 7 gemessen ein Feld mit sehr hohen Geschwindigkeitsgradienten erzeugt. Dies begünstigt die Vermischung des ersten Teilstroms 6 mit dem zweiten Teilstrom 7.

[0043] Die Figuren 5a bis 5d stellen jeweils einen Längsschnitt durch einen Mikromischer mit einem Rückschlagventil als Rückströmsperre dar. Die Figuren 5a und 5b zeigen einen Mikromischer mit schmalen ersten Eintrittsspalt 19. In der Figur 5a ist das Rückschlagventil geschlossen, und in der Figur 5b ist das Rückschlagventil geöffnet und gibt einen zweiten Eintrittsspalt 20 für den zweiten Teilstrom 7 frei. Die Figuren 5c und 5d stellen einen Mikromischer mit breitem ersten Eintrittsspalt 19 dar. In der Figur 5c ist das Rückschlagventil geschlossen, und in der Figur 5d ist das Rückschlagventil geöffnet und gibt einen zweiten Eintrittsspalt 20 für den zweiten Teilstrom 7 frei. Durch den schmalen ersten Eintrittsspalt 19 in der Figur 5b erfährt der erste Teilstrom 6 eine wesentlich höhere Geschwindigkeit als im Fall der Figur 5d mit breitem ersten Eintrittsspalt 19. Über ein Gewinde oder eine vergleichbare externe Einrichtung lässt sich die Breite des ersten Eintrittsspalts 19 und somit auch die Breite des Spalts 30, in dem die beiden Teilströme 6, 7 zusammenlaufen, und der in seiner Verlängerung stromabwärts der Misch- und Reaktionszone entspricht, variieren.

[0044] In der Figur 6a ist ein erfindungsgemäßer Mikromischer mit einem Membrankörper 34 als Rückströmsperre im Längsschnitt zu sehen. In diesem Mikromischer werden drei Teilströme 6, 7, 37 miteinander ver-

mischt. Auch dieser Mikromischer umfasst einen Grundkörper 1, ein Mittelteil 2 und einen Deckel 3. Der Deckel 3 besteht aus einer oberen und einer unteren Hälfte, und das Mittelteil 2 besteht ebenso aus einem oberen und einem unteren Teil. Der zweite und der dritte Teilstrom 7, 37 werden jeweils über eine Rückströmsperre in der Art eines Membrankörpers 34 zu der Misch- und Reaktionszone 10 geleitet. Für den Membrankörper 34 kommen verschiedene Materialien in Frage. Dabei kann über verschiedene Waddicken des Membrankörpers 34 und unterschiedliche Elastizität des Materials die durch den Differenzdruck aufzubringende erforderliche Öffnungskraft eingestellt werden. Dies ist vergleichbar mit der Einstellung in dem Mikromischer der Figur 1a mit Rückschlagventil, die über die Spiralfeder 13, die Mutter 14 und die Kontermutter 15 erfolgt. In dieser Ausführungsform des Mikromischers mit Membrankörper 34 können der erste Teilstrom 6 entweder nur ein weiterer Teilstrom, oder aber zwei weitere Teilströme 7, 37 zugemischt werden. Ebenso ist denkbar, dass der erste Teilstrom 6 Partikel mit sich führt. Die Partikel können die Mikrostruktur ungehindert durchdringen, da der Mikromischer Mindestabmessungen im Bereich zwischen 500 und 3.000 µm aufweist.

[0045] In der Figur 6b ist eine vergrößerte Ansicht der Figur 6a im Umgebungsbereich der Misch- und Reaktionszone 10 dargestellt.

[0046] Die Figuren 6c und 6d geben die Strömungsverläufe der Figuren 6a und 6b wieder. Auf Bezugszeichen wurde verzichtet.

[0047] In der Figur 7 ist ein als Ventilmischer ausgebildetes Modul 24 dargestellt, das zusammen mit einer weiteren Dosierstelle 26 und einem elektrischen Heizmodul 27 zu einem integrierten Bauteil kombiniert ist. Zwischen dem als Ventilmischer ausgebildeten Modul 24 und der weiteren Dosierstelle 26 ist ein Isolationsmodul 25 zur thermischen Entkopplung dieser benachbarten Bauteile vorgesehen.

[0048] Figur 8 stellt eine vorteilhafte Ausführung des Ventilmischers mit ringförmig coaxialer Anordnung der Eintrittsspalte 19, 20 dar, bei dem die Rückströmsperre im Bereich des äußeren der beiden Eintrittsspalte ausgebildet ist. Die Rückstromsperre wird hierbei durch einen axial beweglichen Ventilring 41 realisiert, der durch eine Kolbendichtung 42 gegenüber dem Gehäuse 43 abgedichtet ist und durch eine verschließende Kraftwirkung 45 gegen die gegenüber liegende Kante des Eintrittsspalts 19 gepresst wird. Überschreitet die durch den Druck des ersten Teilstroms auf den Ventilring ausgeübte Kraft die verschließende Kraftwirkung 45, so öffnet sich der Eintrittsspalt 20 und der erste Teilstrom tritt in die Misch- und Reaktionszone 10 ein.

[0049] In Figur 9 ist eine weitere vorteilhafte Ausführung des Ventilmischers mit ringförmig coaxialer Anordnung der Eintrittsspalte 19, 20 dargestellt, bei der sowohl im Bereich des ersten als auch des zweiten Eintrittsspalts eine Rückstromsperre ausgebildet ist. Hierbei sind die Funktionsprinzipien der in den Figuren 5 und 8 darge-

stellten Ausführungen des Ventilmischers in vorteilhafter Weise miteinander kombiniert.

[0050] Figur 10 zeigt eine ebenfalls vorteilhafte Ausführungsform des Ventilmischers, die aus der in Figur 9 dargestellten Ausführungsform dadurch hervorgeht, dass der Misch- und Reaktionszone 10 ein dritter Teilstrom 37 durch einen weiteren ringförmigen Eintrittsspalt 38, der zwischen dem Eintrittsspalt für den ersten 19 und dem Eintrittsspalt 20 für den zweiten Teilstrom angeordnet ist zugeführt wird.

[0051] In Figur 11 ist eine parallele Anordnung mehrerer erfindungsgemäßer Ventilmischereinheiten in einem gemeinsamen Gehäuse (51-53) mit gemeinsamer Zuführung der Teilströme dargestellt, welche vorteilhaft für die Vermischung größerer Volumenströme eingesetzt werden kann. Die beiden Versorgungskanäle für den ersten (56) bzw. zweiten Teilstrom (57) sind in dieser Ausführung in zwei übereinander liegenden Ebenen angeordnet. Bei jeder der parallel betriebenen Ventilmischereinheiten ist der Öffnungsdruck des Rückschlagventils individuell variierbar, um ein einheitliches Volumenstromverhältnis der Teilströme an allen Mischereinheiten einstellen zu können. Das Mischungsprodukt verlässt die einzelnen Mischereinheiten in einen gemeinsamen Auslasskanal, welcher in direktem Anschluss oberhalb der in der Figur 11 dargestellten Baugruppe angeordnet ist.

Bezugszeichenliste:

[0052]

- | | |
|----|---|
| 1 | Grundkörper |
| 2 | Mittelteil |
| 3 | Deckel |
| 4 | erster O-Ring |
| 5 | zweiter O-Ring |
| 6 | erster Teilstrom |
| 7 | zweiter Teilstrom |
| 8 | Ringkanal für den ersten Teilstroms |
| 9 | Ventilstößel |
| 10 | Misch- und Reaktionszone |
| 11 | Auslasskanal |
| 12 | Bohrungen im Ventilkörper für den zweiten Teilstrom |
| 13 | Spiralfeder |
| 14 | Mutter |
| 15 | Kontermutter |
| 16 | Abstandsscheibe |
| 17 | Ventilkörper |
| 18 | dritter Ö-Ring |
| 19 | Eintrittsspalt für den ersten Teilstrom |
| 20 | Eintrittsspalt für den zweiten Teilstrom |
| 21 | mikrostrukturierte Oberfläche des Ventilstößel |
| 24 | als Ventilmischer ausgebildetes Modul |
| 25 | Isolationsmodul zur thermischen Entkopplung benachbarter Bauteile |
| 26 | weitere Dosierstelle |
| 27 | elektrisches Heizmodul |

- | | |
|----|--|
| 30 | Abstand |
| 34 | Membrankörper |
| 37 | dritter Teilstrom |
| 38 | Eintrittsspalt für dritten Teilstrom |
| 40 | Zentraler Konus |
| 41 | Ventilring |
| 42 | Kolbendichtung |
| 43 | Gehäuse |
| 45 | verschließende Kraftwirkung auf Ventilring |
| 46 | verschließende Kraftwirkung auf Ventilstößel |
| 51 | gemeinsamer Grundkörper |
| 52 | gemeinsamer Mittelteil |
| 53 | gemeinsame Auslassplatte |
| 56 | gemeinsamer Versorgungskanal für ersten Teilstrom |
| 57 | gemeinsamer Versorgungskanal für zweiten Teilstrom |

20 Patentansprüche

- | | |
|----|--|
| 1. | Mikromischer zum Vermischen von mindestens zwei unter Bildung von Ausfällungen oder Suspensionen reagierenden Fluiden mit einem ersten Kanal für die Zufuhr eines ersten Teilstroms (6) und mit einem zweiten Kanal für die Zufuhr eines zweiten Teilstroms (7), die in flachen Eintrittsspalten (19, 20) in eine Misch- und Reaktionszone (10) münden und die Misch- und Reaktionszone (10) über einen Auslasskanal (11) verlassen, wobei zwischen der Misch- und Reaktionszone (10) und mindestens einem Kanal für die Zufuhr eines Teilstroms (6, 7, 37) eine Rückströmsperre angeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorspannung der Rückströmsperre vorgebende Element in Strömungsrichtung vor dem Eintritt des an der Rückströmsperre vorbeiströmenden Teilstroms (6, 7, 37) in die Misch- und Reaktionszone (10) angeordnet ist. |
| 2. | Mikromischer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Rückströmsperre als Rückschlagventil ausgebildet ist. |
| 3. | Mikromischer nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorspannung des Rückschlagventils mit mechanischen Mitteln (13, 14, 15) vorgegeben wird. |
| 4. | Mikromischer nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Rückschlagventil elektrisch, pneumatisch, hydraulisch oder elektromagnetisch ansteuerbar ist. |
| 5. | Mikromischer nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Rückströmsperre als Membrananordnung ausgebildet ist. |

6. Mikromischer nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Rückströmsperre durch Reinigungsstifte, die bei jedem Öffnungs- und Schließvorgang in die von der Rückströmsperre freigegebenen Öffnung einfahren und im Wesentlichen nadelförmig ausgebildet sind, von Ablagerungen im laufenden Betrieb gereinigt wird. 5
7. Mikromischer nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** Eintrittsspalten (19, 20) für die Teilströme (6, 7, 37) als schmale Ringspalten ausgebildet sind, so dass die Teilströme (6, 7, 37) als dünne Filmschichten aufeinander treffen. 10 15
8. Mikromischer nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Eintrittsspalten (19, 20) durch mikrostrukturierte Bauelemente (16, 9) begrenzt werden, die eine Aufteilung der Teilströme (6, 7, 37) in einzelne Teilstrahlen herbeiführen. 20
9. Mikromischer einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Auslasskanal (11) eine glatte und sich aufweitende Geometrie aufweist. 25
10. Mikromischer einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** im Auslasskanal (11) eine Zuführung für einen Mantelstrahl vorgesehen ist, der die vermischten Teilströme (6, 7, 37) beim Auslassen umhüllt. 30
11. Mikromischer einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Ansprechdruck und/oder das Öffnungsverhalten der Rückstromsperre, die Breite wenigstens eines der Einströmspalte (19, 20) und/oder eine charakteristische Dimension der Misch- und Reaktionszone (10) mit mechanischen, hydraulischen, pneumatischen, elektrischen oder elektromagnetischen Mittel von außen einstellbar sind und / oder als Stellgrößen eines äußeren oder inneren Regelkreises automatisch variiert werden. 35 40 45
12. Mikromischer einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** zwei oder mehr erfindungsgemäße Ventilmischereinheiten in einem gemeinsamen Gehäuse mit gemeinsamer Zuführung der Teilströme (6, 7, 37) und gemeinsamem Auslasskanal (11) in einer Weise angeordnet sind, dass sie parallel betrieben werden können. 50
13. Verwendung des Mikromischers nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12 für Fällungs- und/oder Kristallisationsreaktionen, die Herstellung von Nanopartikeln, Kohlenstoff-Nanoröhren, Fullerenen 55

oder Partikeln / Nanopartikeln mit mehreren in konzentrischer Abfolge angeordneten Schichten aus unterschiedlichen Substanzen.

Claims

1. Micromixer for mixing at least two fluids which react to form precipitates or suspensions, having a first channel for supplying a first sub-flow (6) and having a second channel for supplying a second sub-flow (7), which open in flat entry gaps (19, 20) into a mixing and reaction zone (10) and leave the mixing and reaction zone (10) via an outlet channel (11), a reflux barrier being arranged between the mixing and reaction zone (10) and at least one channel for supplying a sub-flow (6, 7, 37), **characterized in that** the element which defines the prestress of the reflux barrier is arranged in the flow direction in front of the entry of the sub-flow (6, 7, 37) which flows past the reflux barrier into the mixing and reaction zone (10).
2. Micromixer according to Claim 1, **characterized in that** the reflux barrier is designed as a non-return valve.
3. Micromixer according to Claim 2, **characterized in that** the prestress of the non-return valve is provided by mechanical means (13, 14, 15).
4. Micromixer according to Claim 2, **characterized in that** the non-return valve is electrically, pneumatically, hydraulically or electromagnetically drivable.
5. Micromixer according to one or more of Claims 1 to 4, **characterized in that** the non-return valve is designed as a membrane arrangement.
6. Micromixer according to one or more of Claims 1 to 5, **characterized in that** deposits are cleaned from the reflux barrier in the course of operation by cleaning pins, which insert into the opening uncovered by the reflux barrier during each opening and closing process and are essentially designed with a needle shape.
7. Micromixer according to one or more of Claims 1 to 6, **characterized in that** entry gaps (19, 20) for the sub-flows (6, 7, 37) are designed as narrow annular gaps, so that the sub-flows (6, 7, 37) meet each other as thin film layers.
8. Micromixer according to one or more of Claims 1 to 7, **characterized in that** the entry gaps (19, 20) are bounded by microstructured components (16, 9), which contribute to dividing the sub-flows (6, 7, 37) into individual sub-streams.

9. Micromixer one or more of Claims 1 to 8, **characterized in that** the outlet channel (11) has a smooth and widening geometry.
10. Micromixer one or more of Claims 1 to 9, **characterized in that** a feed for an envelope stream, which encloses the mixed sub-flows (6, 7, 37) when they emerge, is provided in the outlet channel (11).
11. Micromixer one or more of Claims 1 to 10, **characterized in that** the response pressure and/or the opening behaviour of the reflux barrier, the width of characteristic dimensions of the mixing and reaction zone (10) are externally adjustable by mechanical, hydraulic, pneumatic, electrical or electromagnetic means and/or are automatically varied as control variables of an outer or inner control loop.
12. Micromixer one or more of Claims 1 to 11, **characterized in that** two or more valve mixer units according to the invention are arranged in a common housing with common supplies of the sub-flows (6, 7, 37) and a common outlet channel (11), so that they can be operated in parallel.
13. Use of the micromixer according to one or more of Claims 1 to 12 for precipitation and/or crystallization reactions, the preparation of nanoparticles, carbon nanotubes, fullerenes or particles/nanoparticles having a plurality of layers of different substances arranged in a concentric sequence.

Revendications

1. Micromélangeur pour mélanger au moins deux fluides réagissant en formant des précipités ou des suspensions, avec un premier canal pour l'amenée d'un premier courant partiel (6) et avec un deuxième canal pour l'amenée d'un deuxième courant partiel (7), qui débouchent dans des fentes d'entrée plates (19, 20) dans une zone de mélange et de réaction (10) et qui quittent la zone de mélange et de réaction (10) par un canal de sortie (11), dans lequel une barrière anti-retour est disposée entre la zone de mélange et de réaction (10) et au moins un canal pour l'amenée d'un courant partiel (6, 7, 37), **caractérisé en ce que** l'élément prédéterminant la précontrainte de la barrière anti-retour est disposé dans la direction d'écoulement avant l'entrée dans la zone de mélange et de réaction (10) du courant partiel (6, 7, 37), qui contourne la barrière anti-retour.
2. Micromélangeur selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la barrière anti-retour est un clapet anti-retour.
3. Micromélangeur selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** la précontrainte du clapet anti-retour est prédéterminée par des moyens mécaniques (13, 14, 15).
4. Micromélangeur selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le clapet anti-retour peut être commandé par voie électrique, pneumatique, hydraulique ou électromagnétique.
5. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** la barrière anti-retour est formée par un dispositif de membrane.
6. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la barrière anti-retour est débarrassée des dépôts en fonctionnement courant au moyen de tiges de nettoyage, qui pénètrent dans l'ouverture libérée par la barrière anti-retour lors de chaque opération d'ouverture et de fermeture et qui sont réalisées essentiellement en forme d'aiguilles.
7. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** les fentes d'entrée (19, 20) pour les courants partiels (6, 7, 37) sont des fentes annulaires étroites, de telle manière que les courants partiels (6, 7, 37) se rejoignent sous la forme de minces couches de films.
8. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** les fentes d'entrée (19, 20) sont limitées par des composants microstructurés (16, 9), qui provoquent une division des courants partiels (6, 7, 37) en jets partiels individuels.
9. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le canal de sortie (11) présente une géométrie lisse et qui s'évase.
10. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce qu'il** est prévu dans le canal de sortie (11) une arrivée pour un jet enveloppant, qui entoure les courants partiels mélangés (6, 7, 37).
11. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 10, **caractérisé en ce que** la pression de réponse et/ou le comportement d'ouverture de la barrière anti-retour, la largeur d'au moins une des fentes d'entrée (19, 20) et/ou une dimension caractéristique de la zone de mélange et de réaction (10) sont réglables de l'extérieur par des moyens mécaniques, hydrauliques, pneumatiques, électriques ou électromagnétiques et/ou sont modifiés automati-

quement comme grandeurs de réglage d'un circuit de régulation extérieur ou intérieur.

12. Micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que** deux ou plusieurs unités de mélangeur à soupape selon l'invention sont disposées dans un corps commun avec une arrivée commune des courants partiels (6, 7, 37) et un canal de sortie commun (11), de telle manière qu'elles puissent fonctionner en parallèle.
13. Utilisation du micromélangeur selon une ou plusieurs des revendications 1 à 12 pour des réactions de précipitation et/ou de cristallisation, la production de nanoparticules, de nanotubes de carbone, de fullerènes ou de particules/nanoparticules comportant plusieurs couches de substances différentes se succédant de manière concentrique.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Fig. 1a

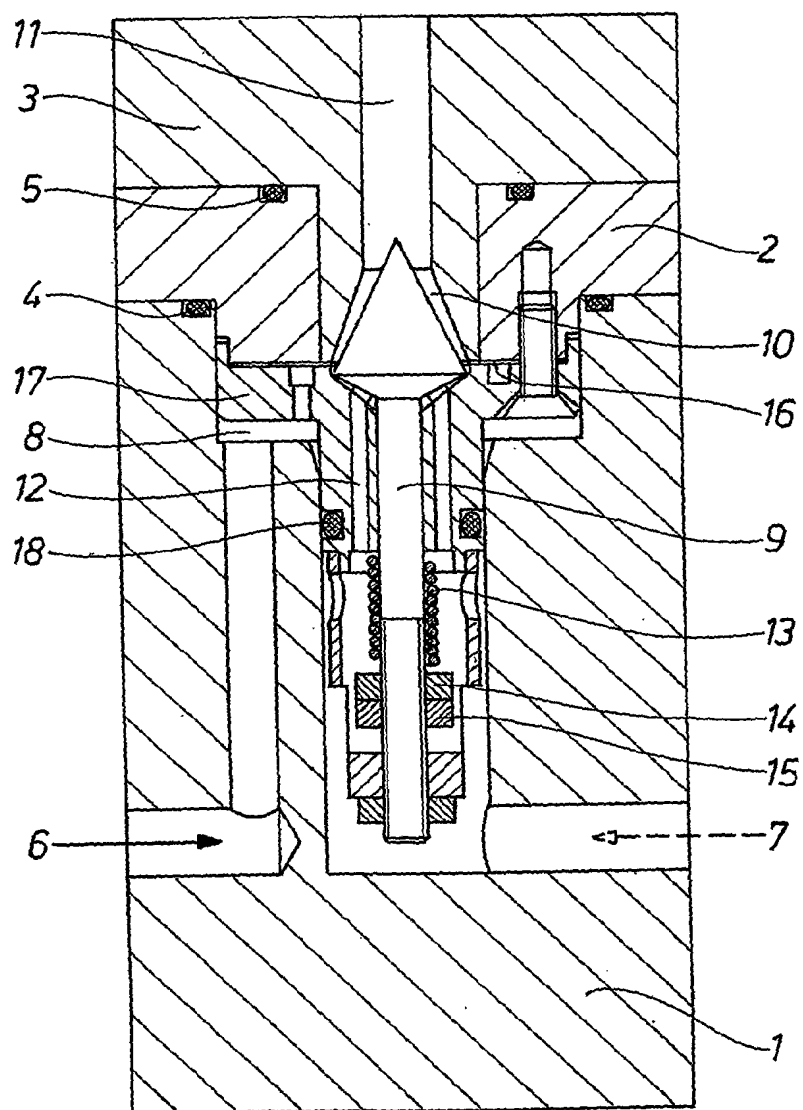


Fig. 1b

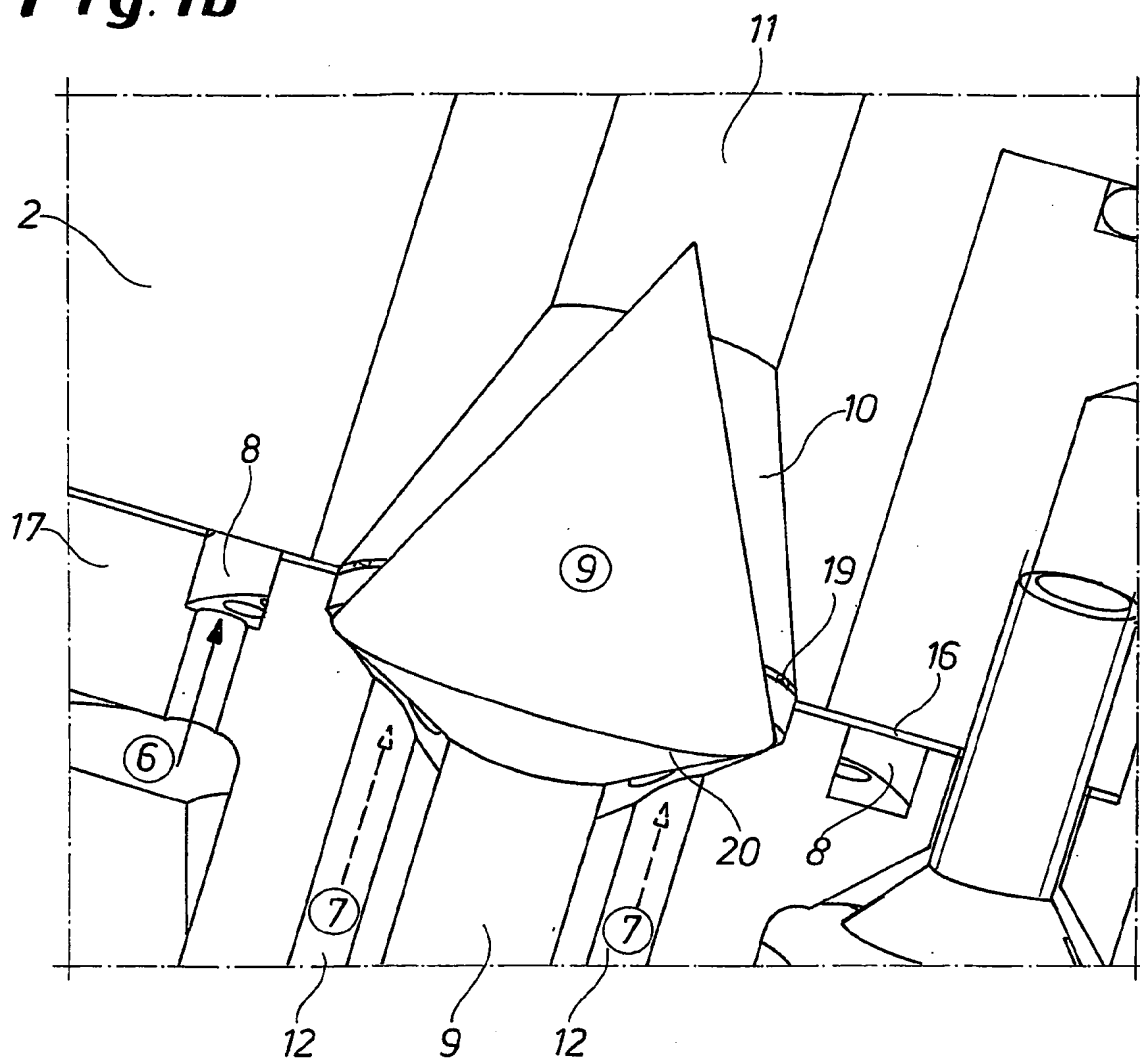


Fig.1c

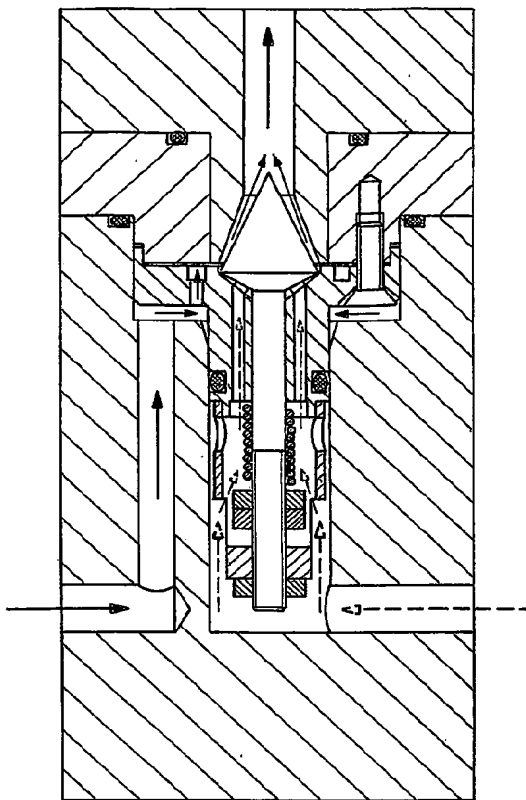


Fig.1d

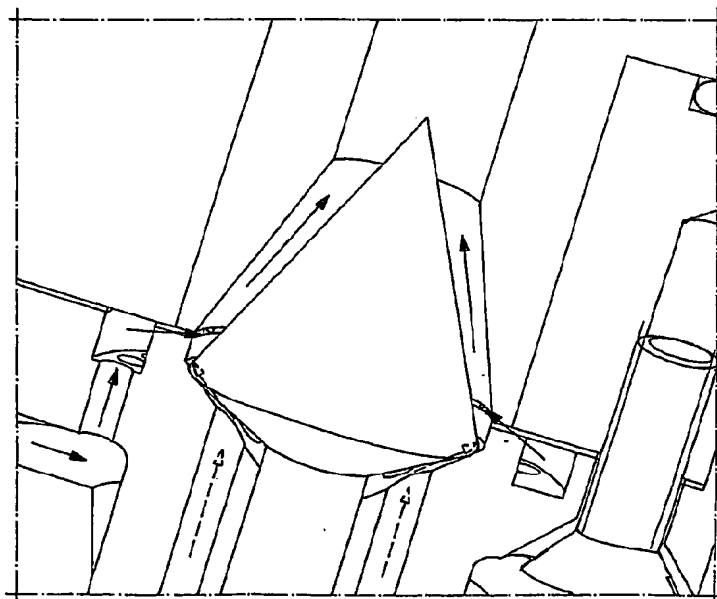


Fig. 2a

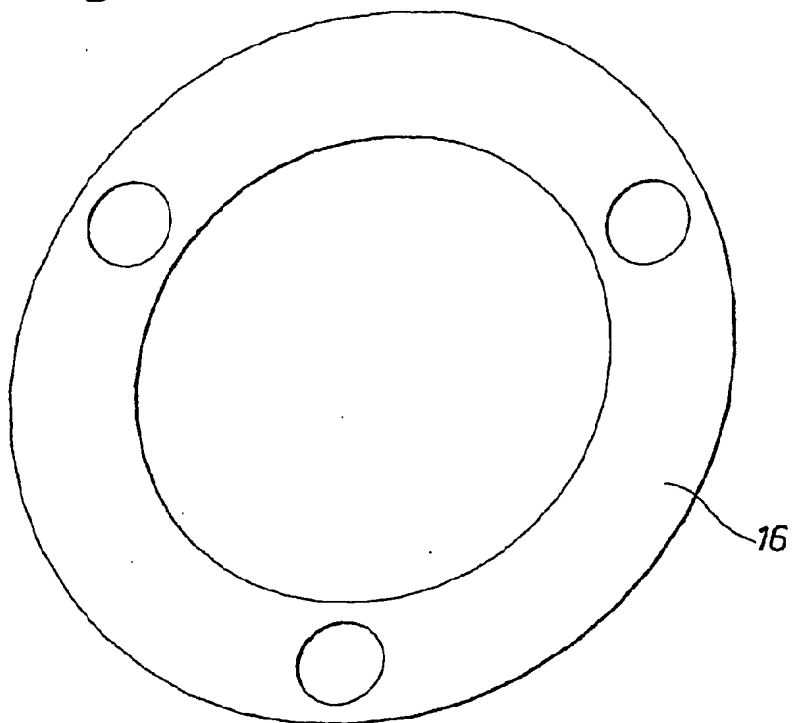


Fig. 2b

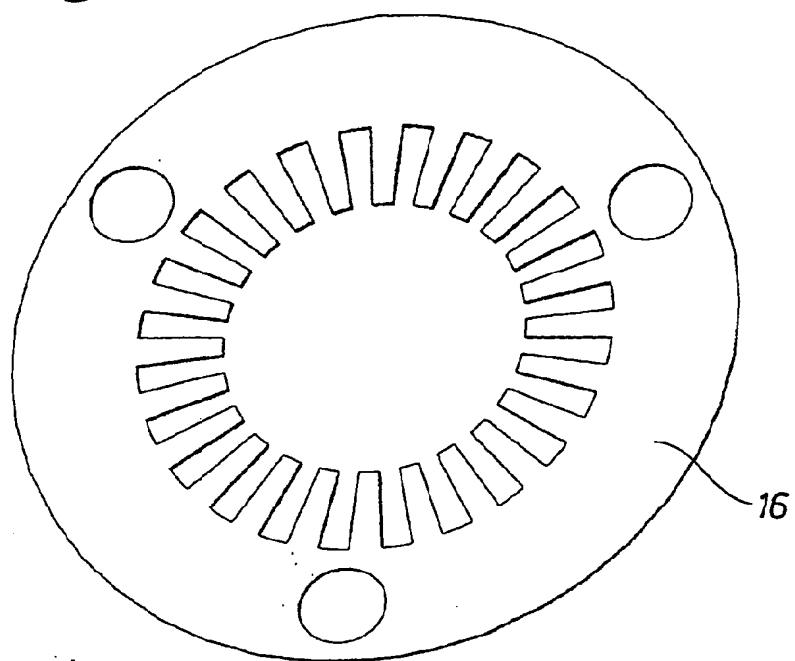


Fig. 3a

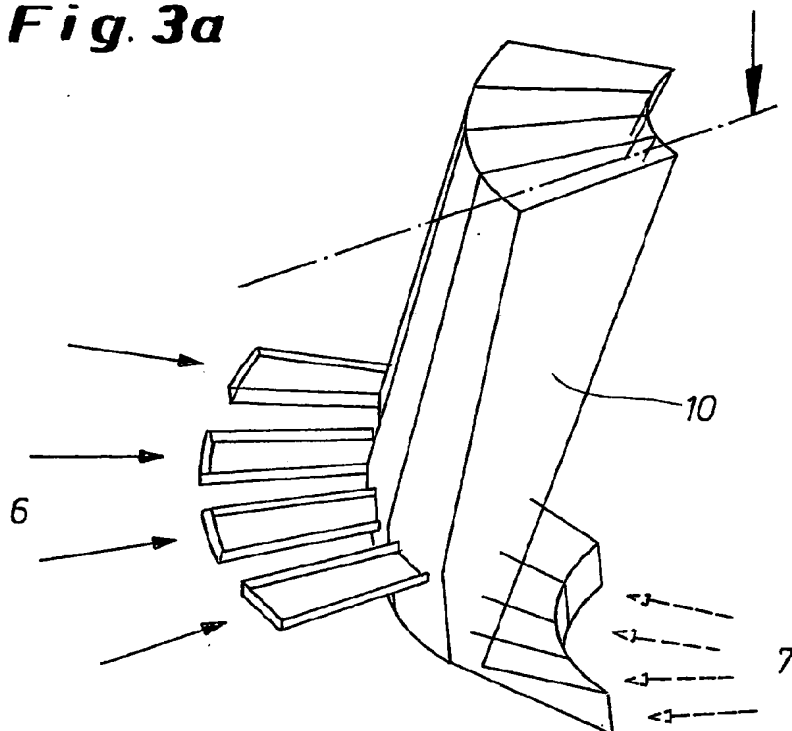


Fig. 3b

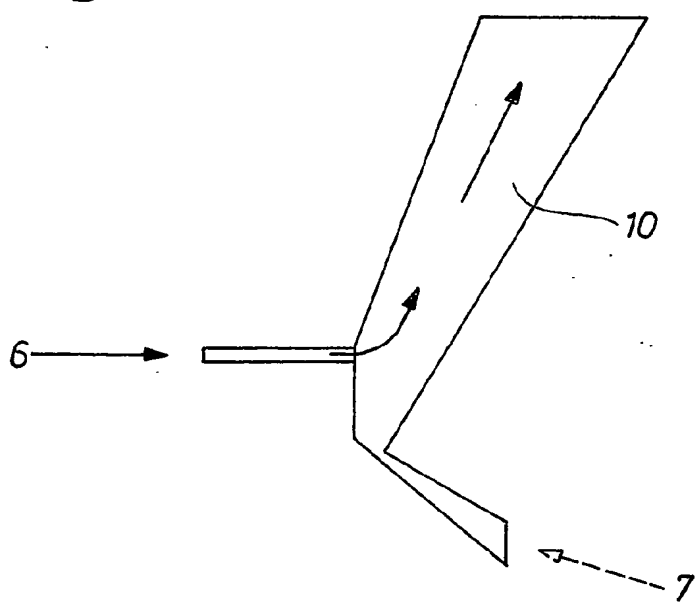


Fig. 4

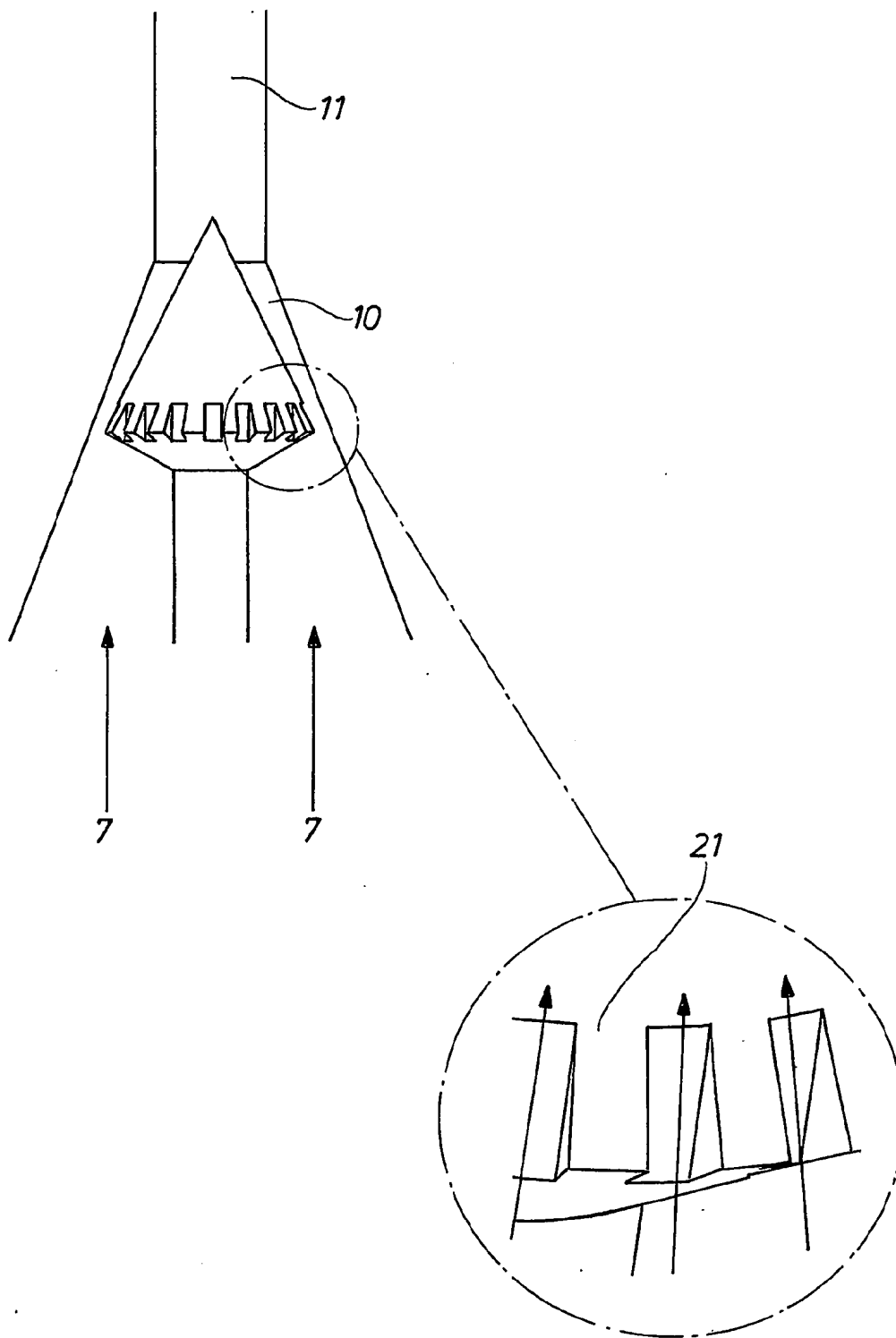


Fig. 5a

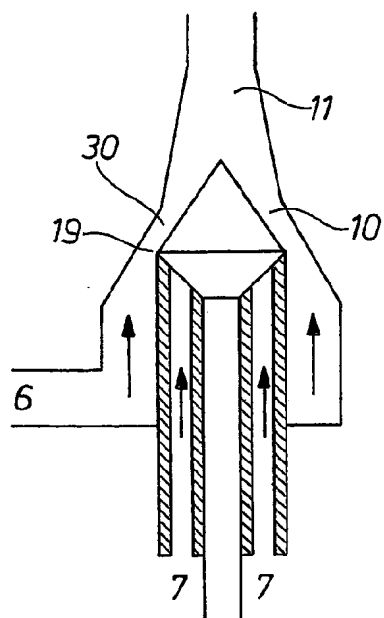


Fig. 5b

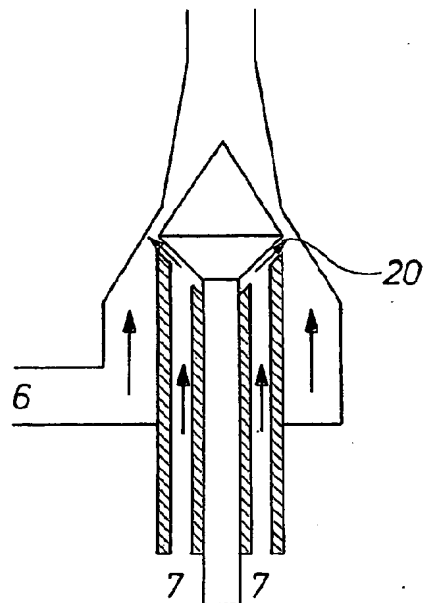


Fig. 5c

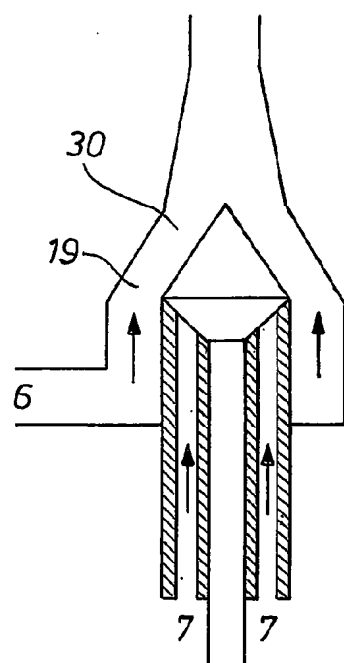


Fig. 5d

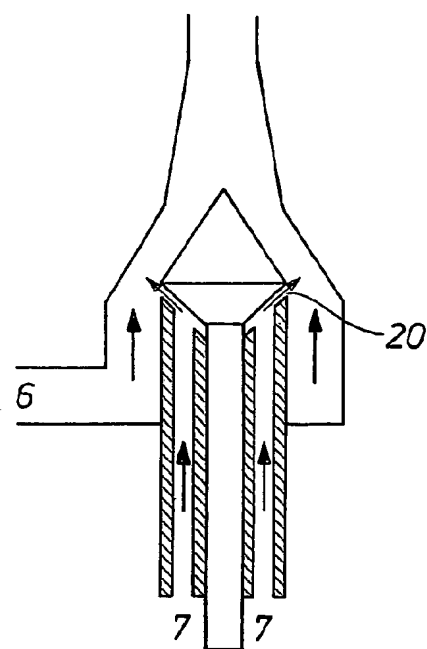


Fig. 6a

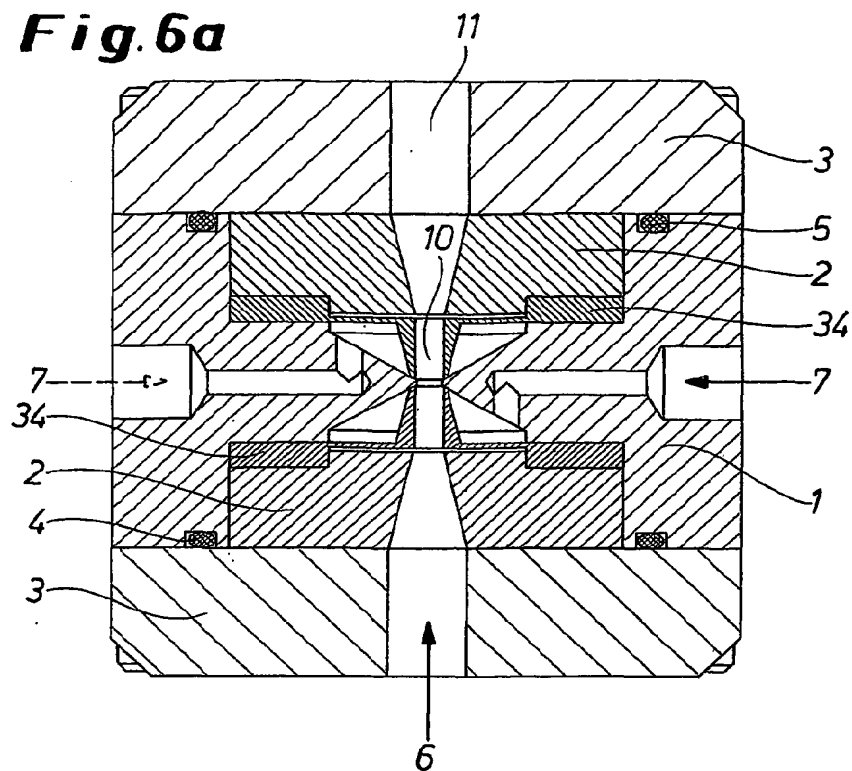


Fig. 6b

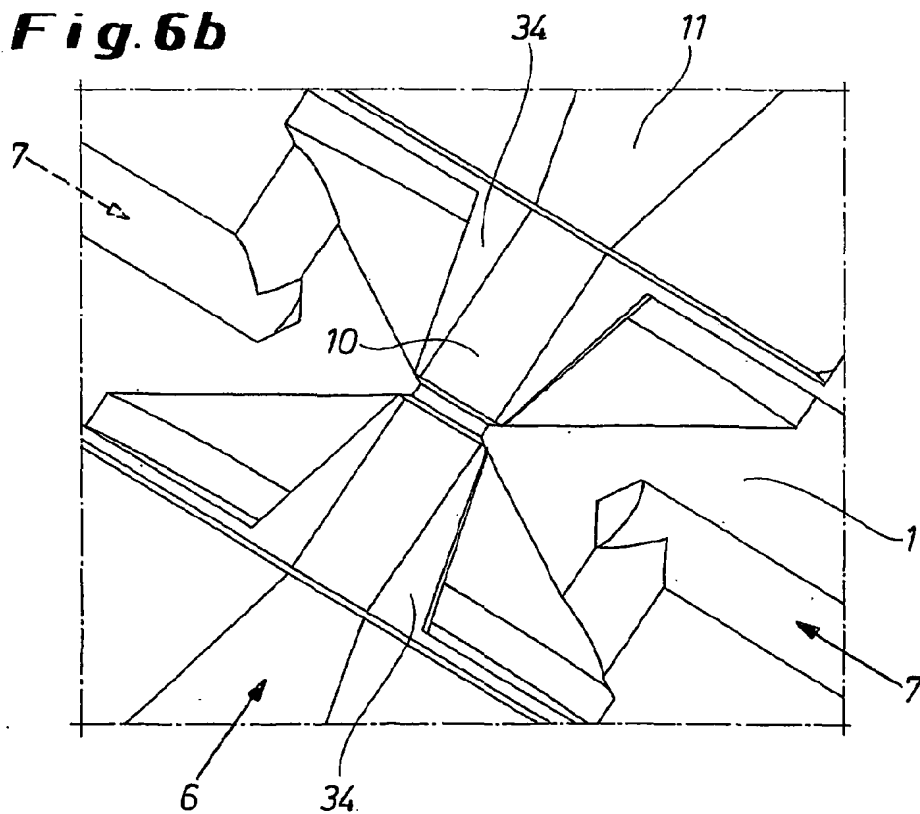


Fig. 6c

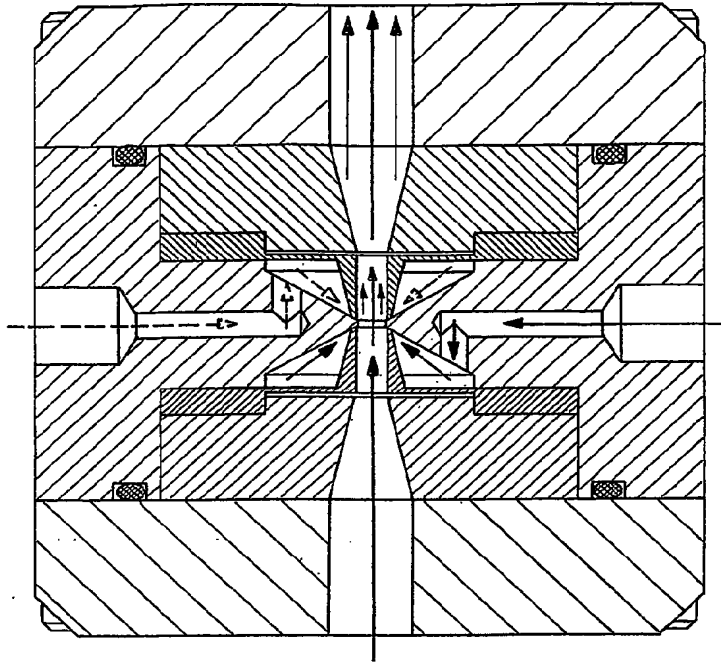


Fig. 6d

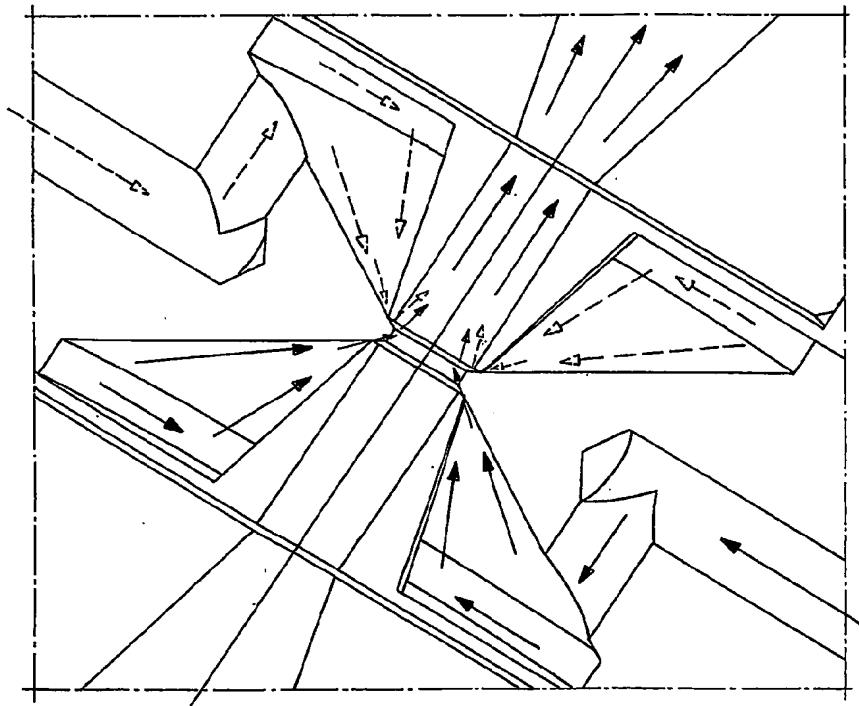


Fig. 7

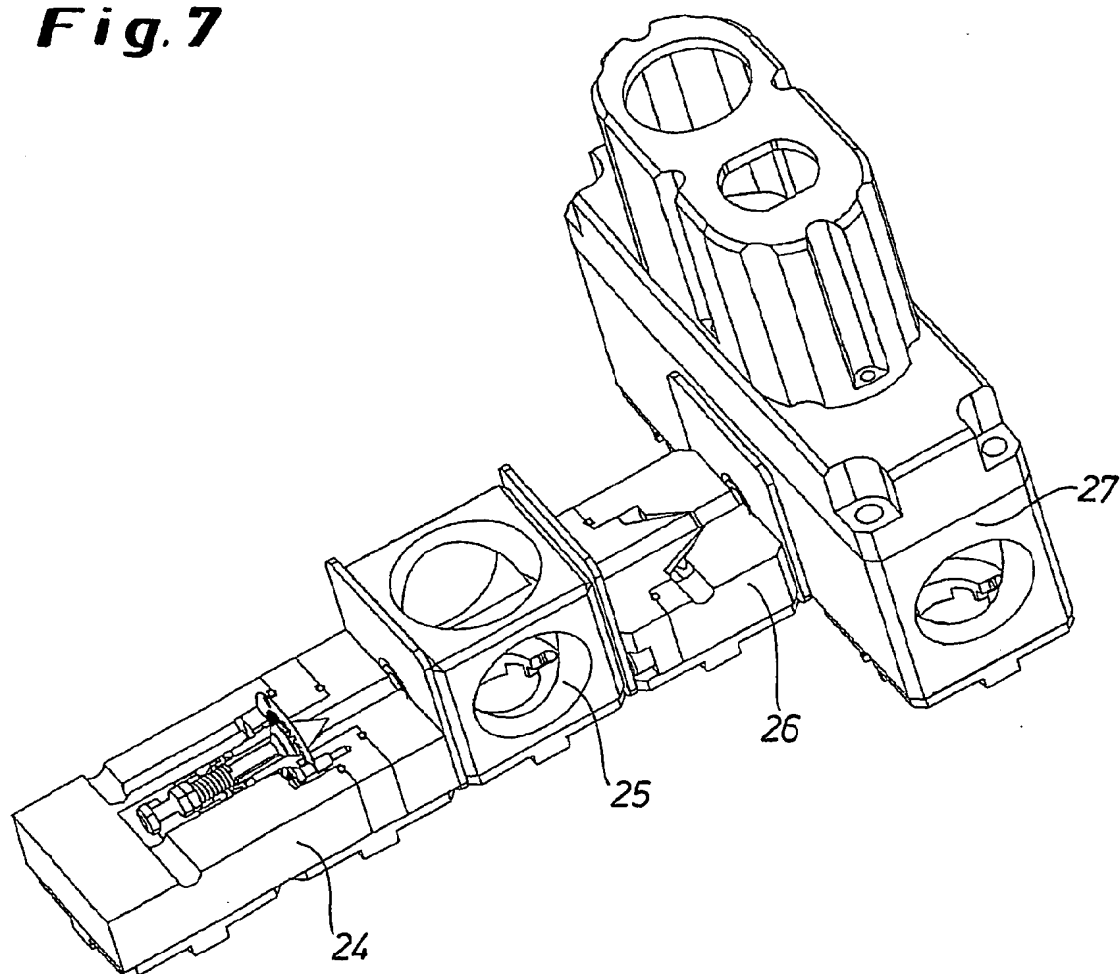


Fig. 8

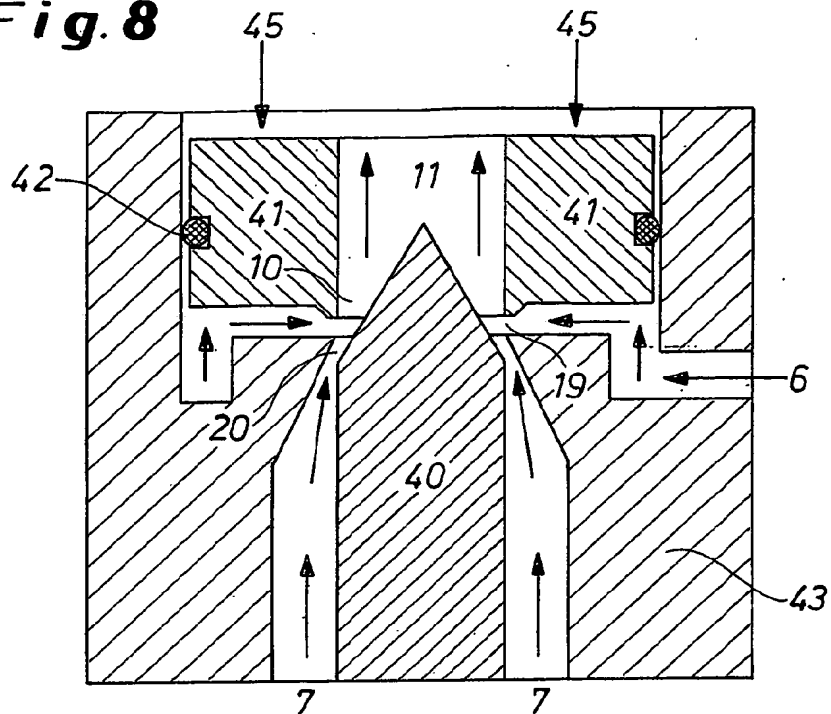


Fig. 9

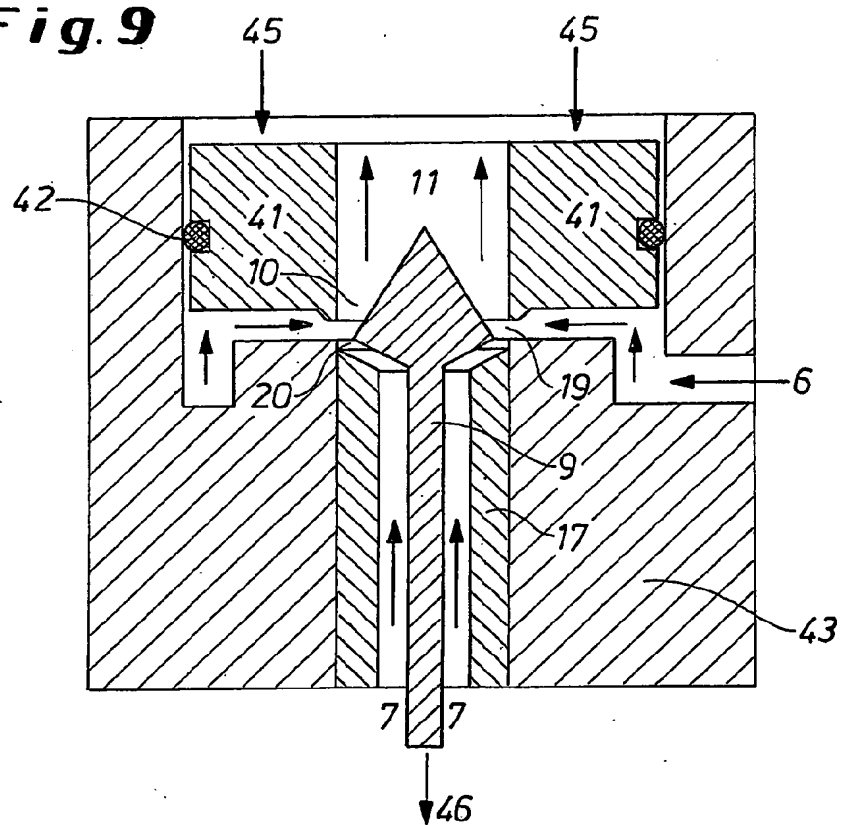


Fig.10

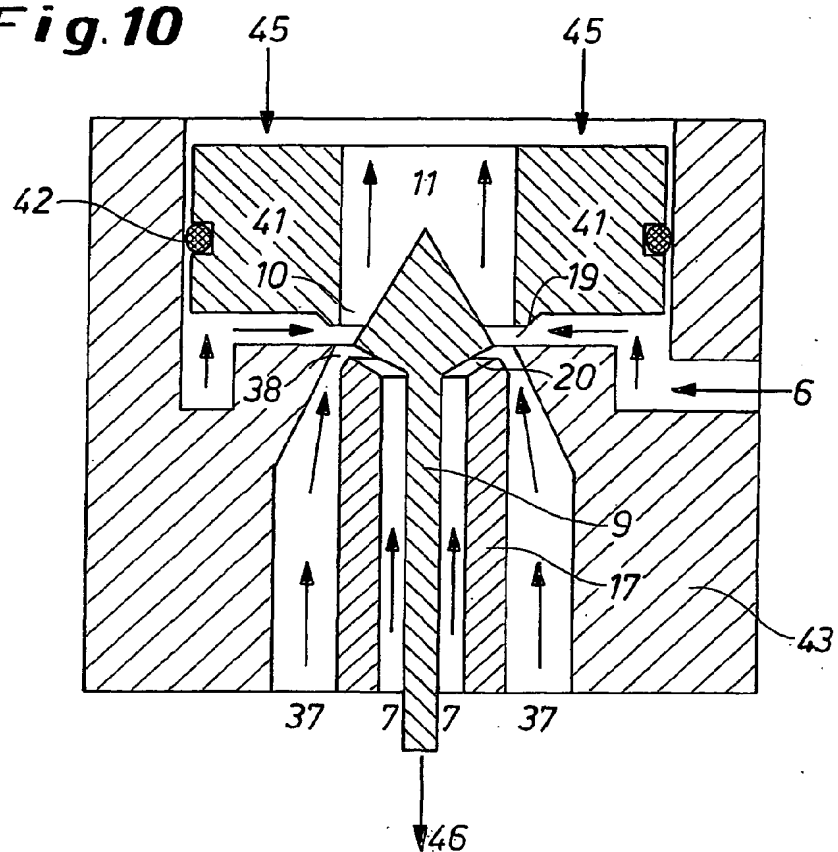
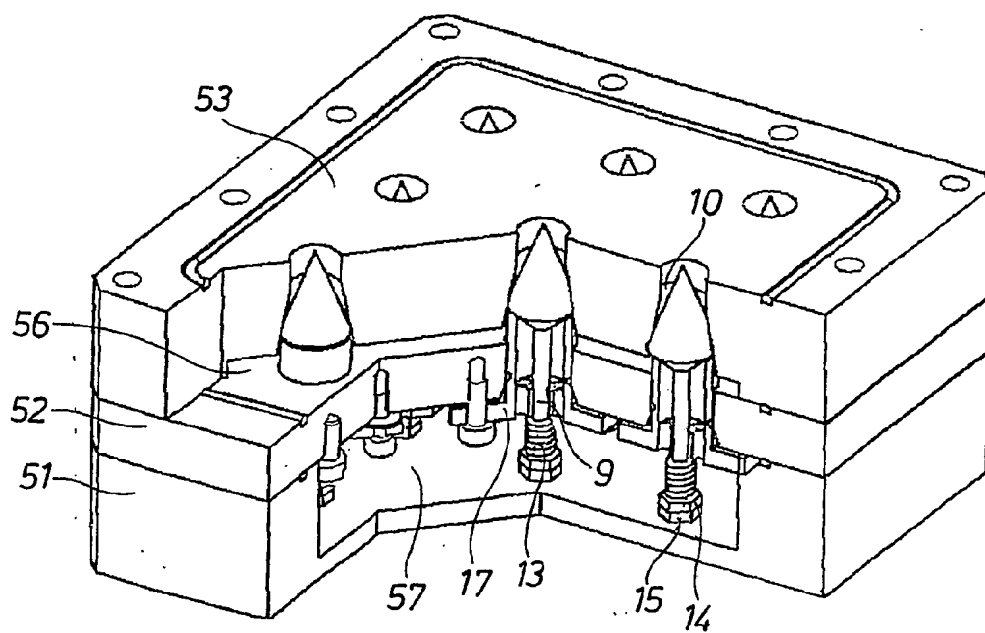


Fig.11



IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 10148615 A1 [0003] [0003]
- DE 20218972 U1 [0003]
- DE 10031558 A1 [0003]
- DE 10143189 A1 [0003]
- DE 10119718 A1 [0003]
- EP 1165224 B1 [0003]
- DE 19851253 A1 [0003]
- EP 0913187 B1 [0003]
- WO 0162374 A2 [0003]
- DE 19707165 A [0003]



US 20070291581A1

(19) **United States**(12) **Patent Application Publication** (10) **Pub. No.: US 2007/0291581 A1****Ehrfeld et al.**(43) **Pub. Date: Dec. 20, 2007**(54) **MICROMIXER****Publication Classification**(76) Inventors: **Wolfgang Ehrfeld**, Mainz (DE); **Frank Herbstritt**, Alzey (DE); **Till Merkel**, Neu-Ulm (DE)

Correspondence Address:

NORRIS, MCLAUGHLIN & MARCUS, P.A.**875 THIRD AVE****18TH FLOOR****NEW YORK, NY 10022 (US)**(51) **Int. Cl.****B01F 5/00** (2006.01)**B01F 13/00** (2006.01)**F16K 15/02** (2006.01)**F16K 17/06** (2006.01)**F16K 15/06** (2006.01)**B01F 15/00** (2006.01)(52) **U.S. Cl.** **366/153.2; 366/177.1; 977/842**(21) Appl. No.: **10/587,404**(22) PCT Filed: **Feb. 8, 2005**(86) PCT No.: **PCT/EP05/01227**

§ 371(c)(1),

(2), (4) Date: **May 24, 2007**(30) **Foreign Application Priority Data**

Feb. 17, 2004 (EP) 04003471.2

Jan. 27, 2005 (DE) 10 2005 003 965.0

(57) **ABSTRACT**

The invention relates to a micromixer for mixing at least two fluids that react to form precipitations or suspensions. The micromixer comprises a first channel for supplying a first partial flow (6) and a second channel for supplying a second partial flow (7). These flows empty into a mixing and reaction area (10) via narrow entrance gaps (19, 20) and leave the mixing and reaction area (10) via an outlet channel (11). The invention is characterized in that a reverse flow prevention is placed between the mixing and reaction zone (10) and at least one channel that supplies a partial flow (6, 7, 37).

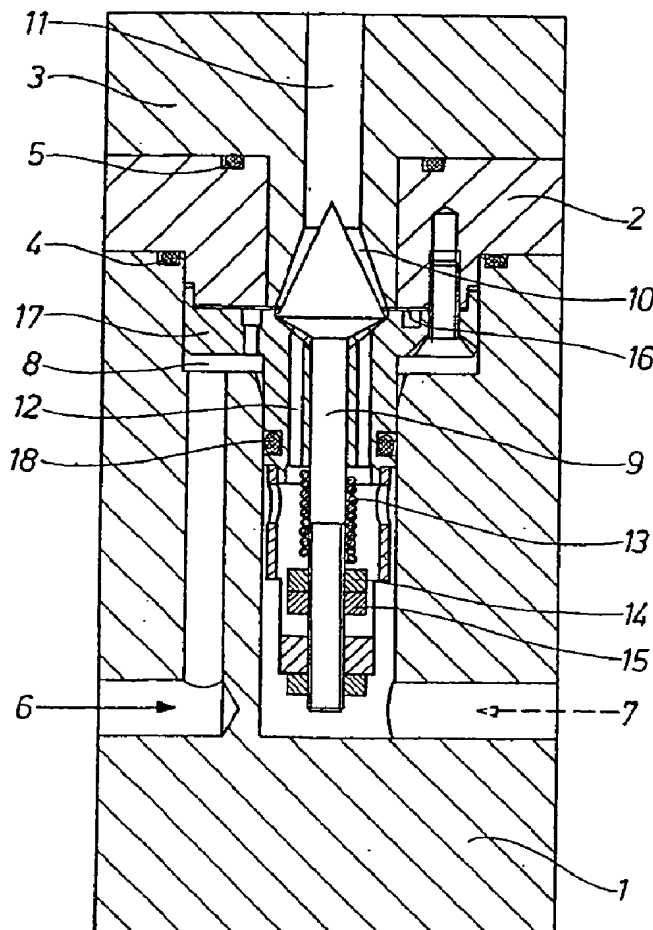


Fig. 1a

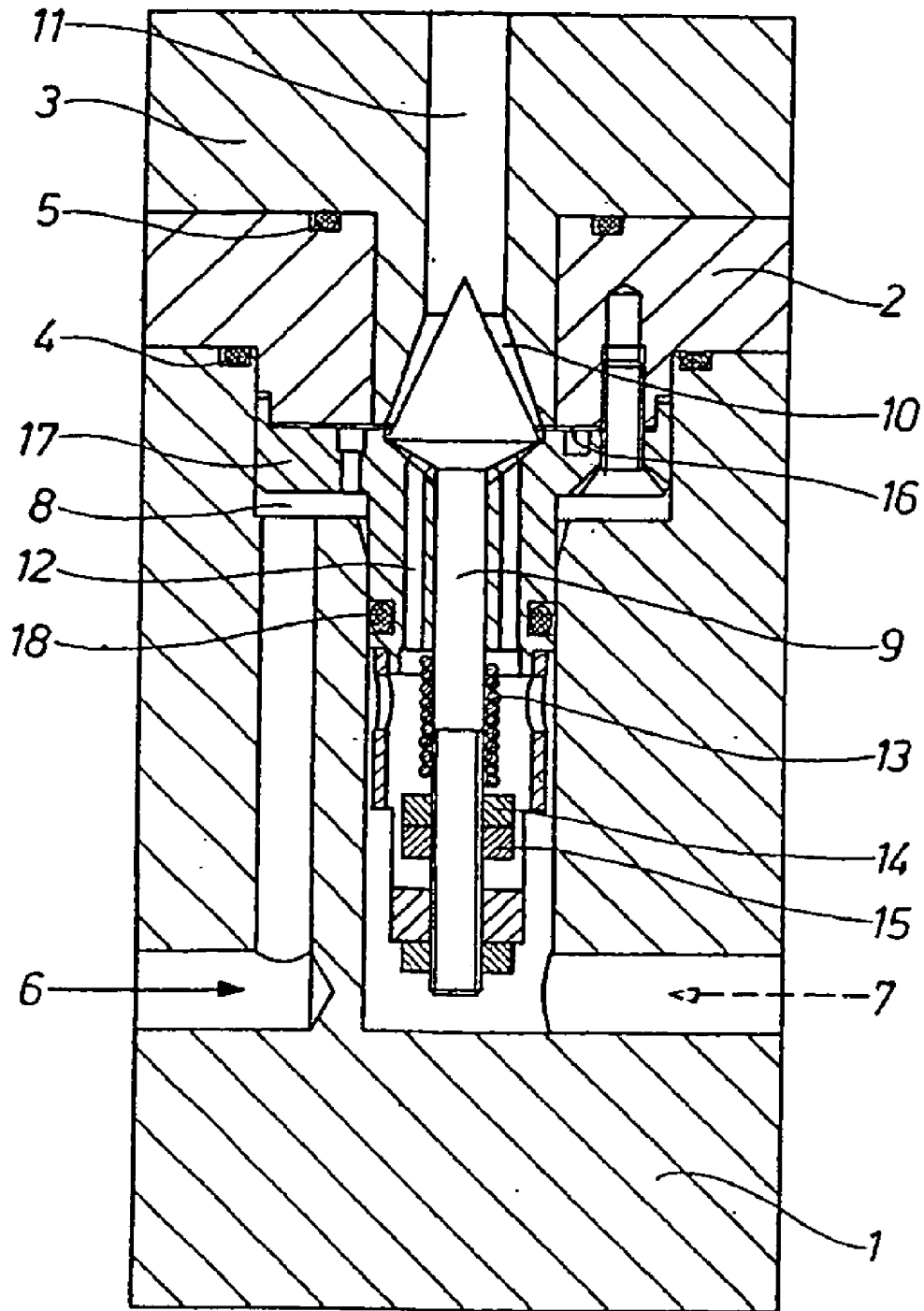


Fig. 1b

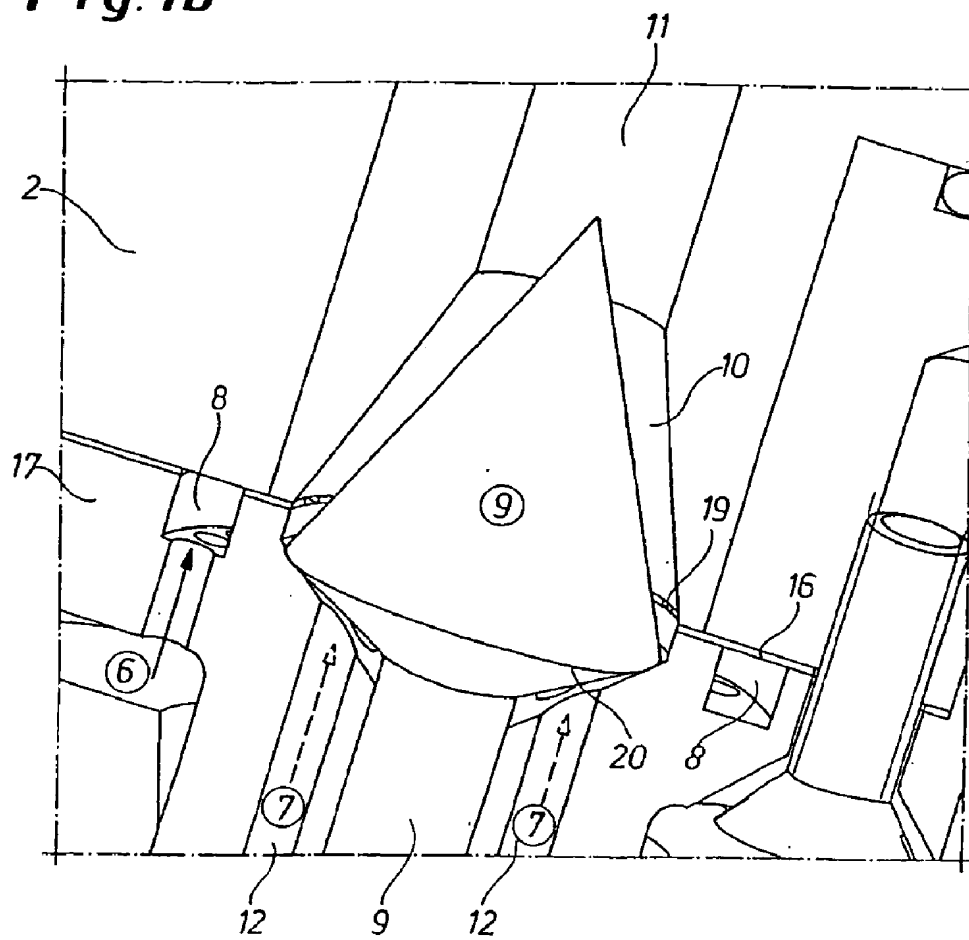


Fig. 1c

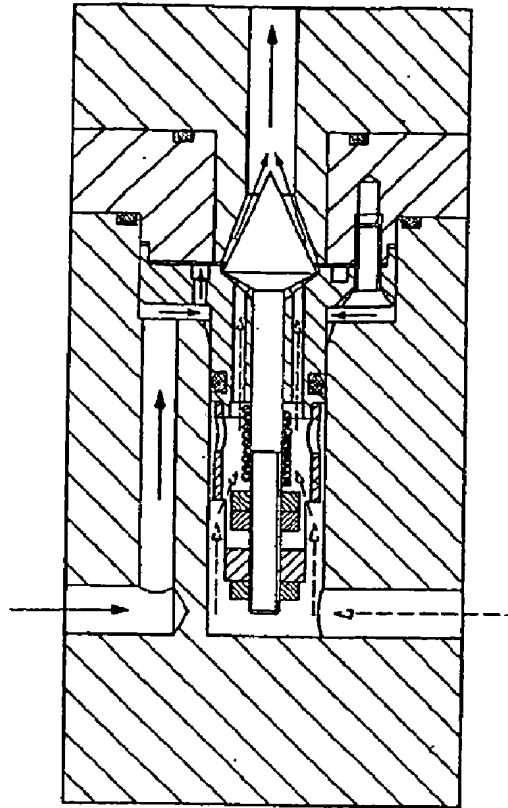


Fig. 1d

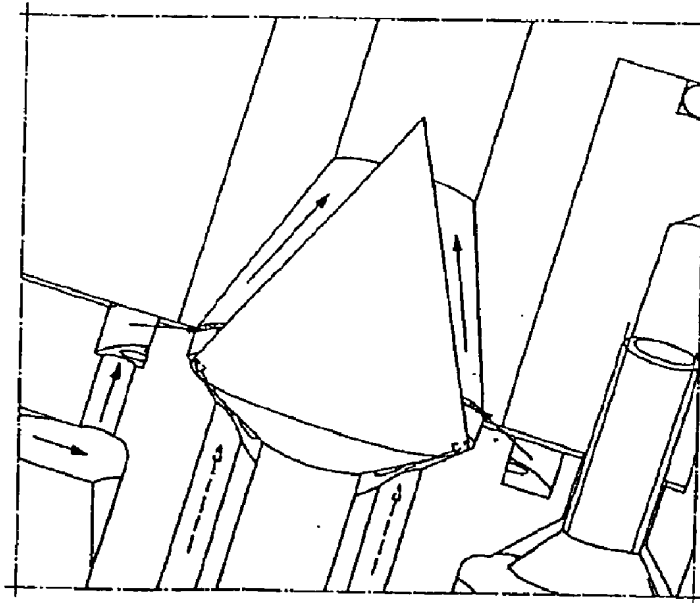


Fig. 2a

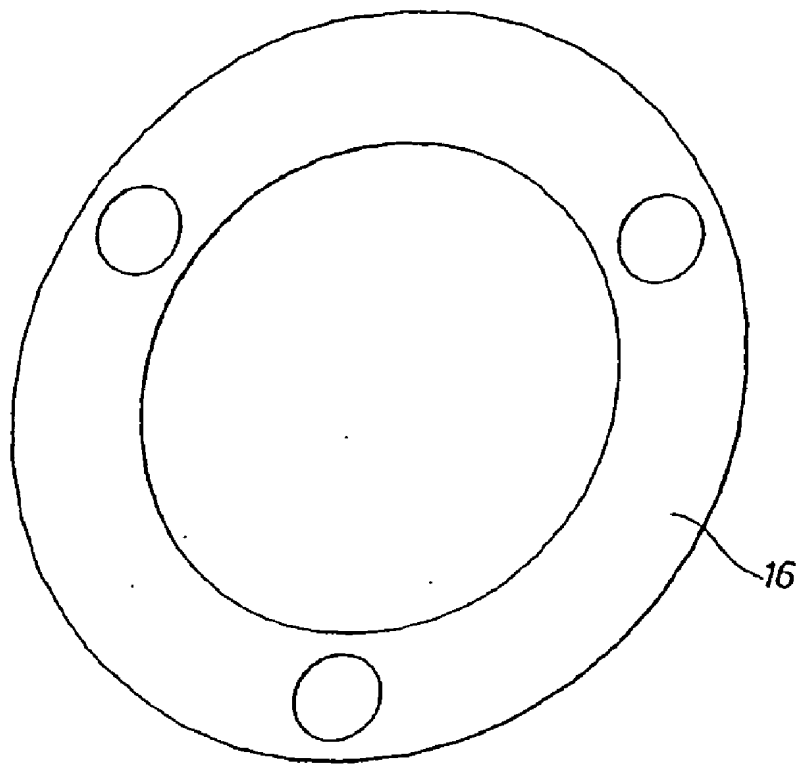


Fig. 2b

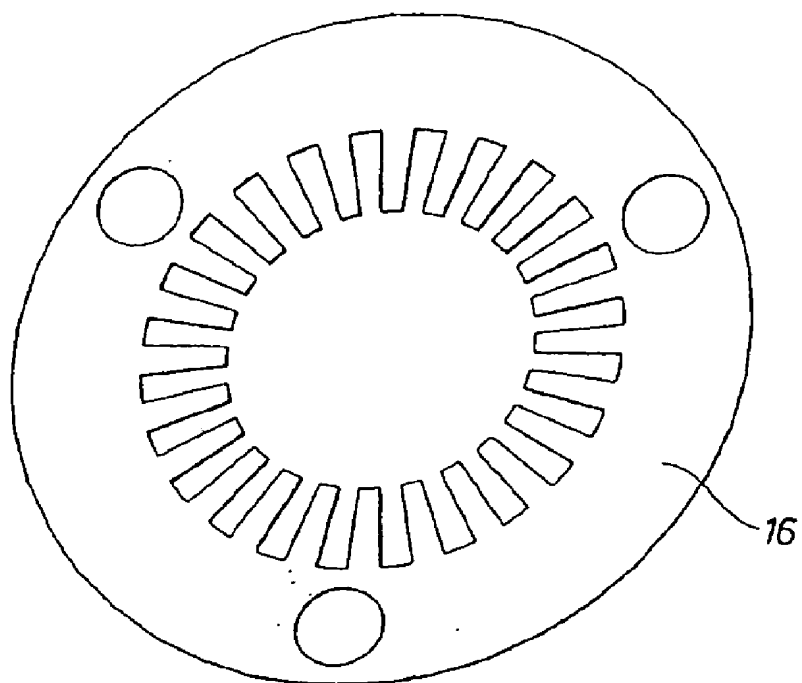


Fig. 3a

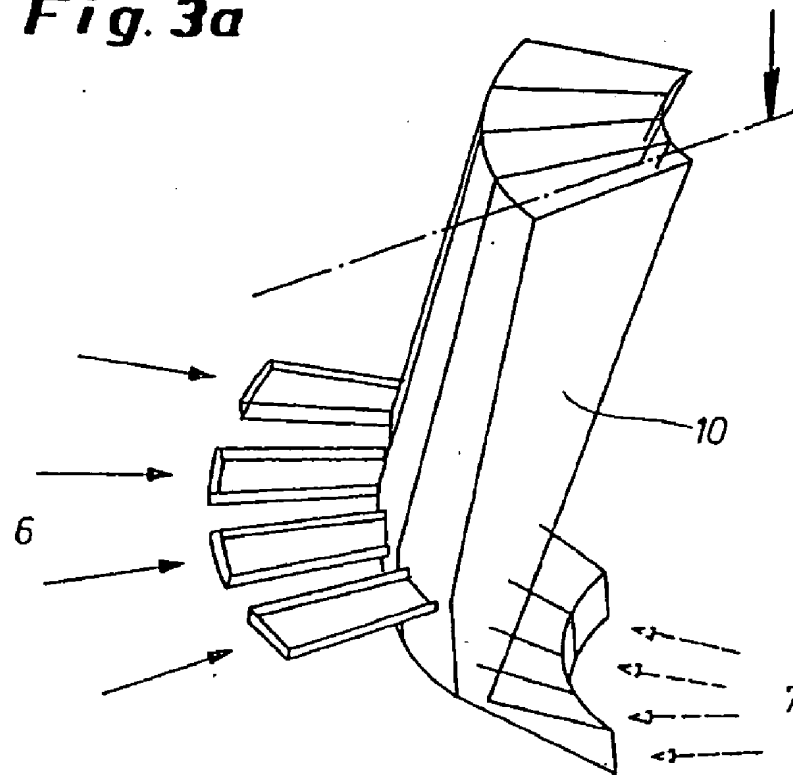


Fig. 3b

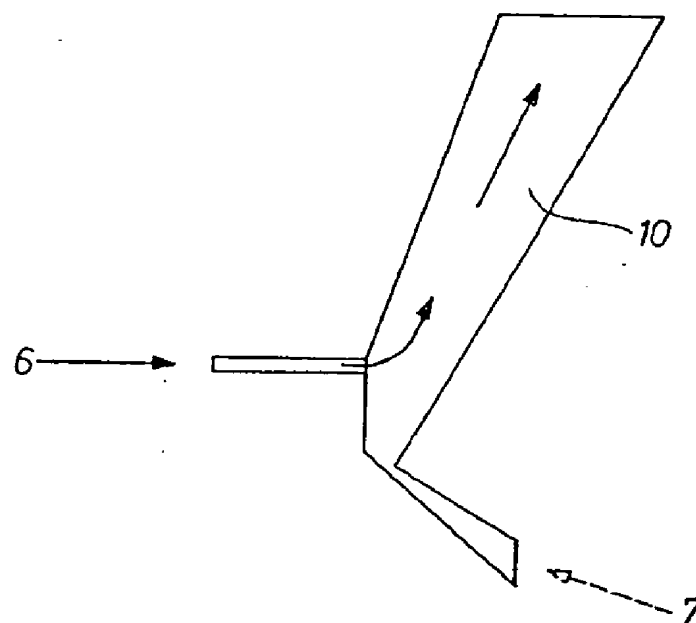


Fig. 4

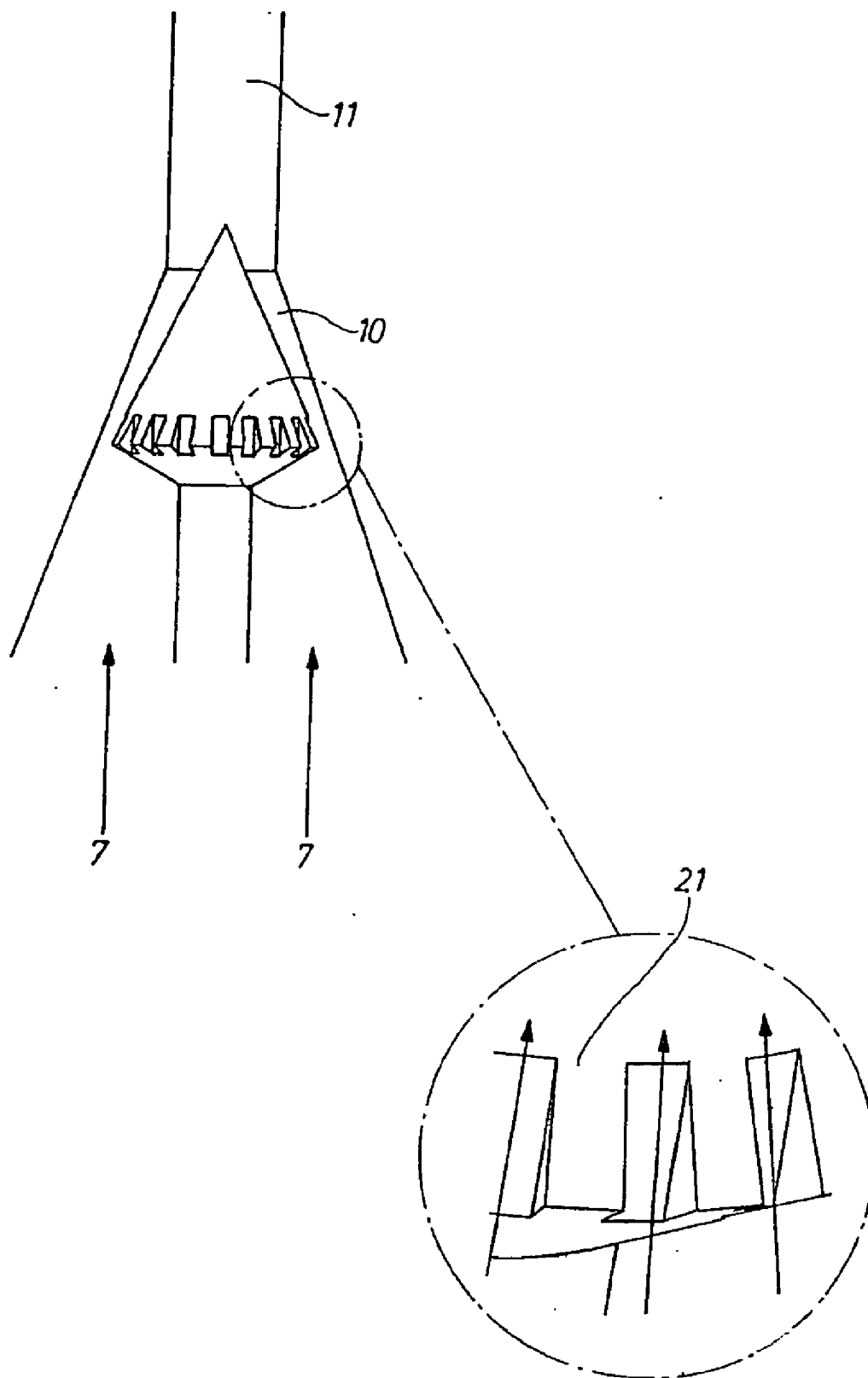


Fig. 5a

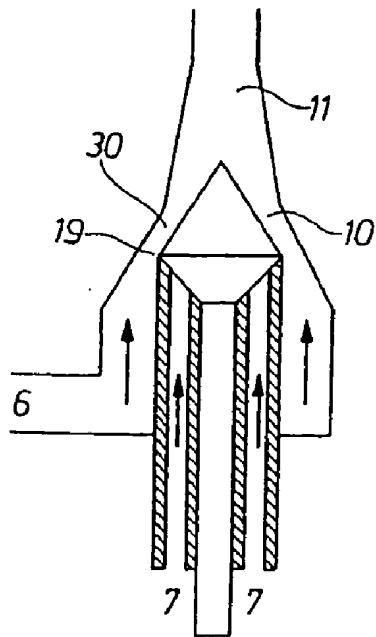


Fig. 5b

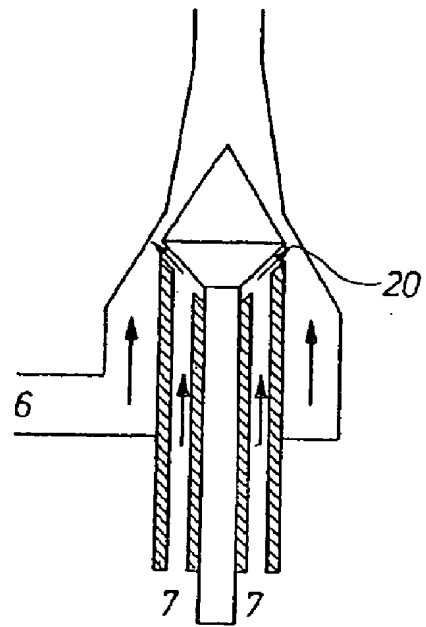


Fig. 5c

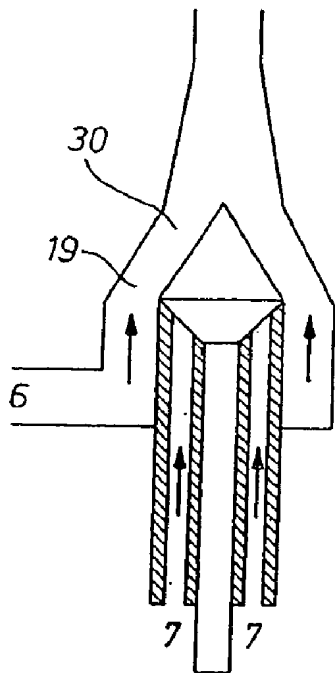


Fig. 5d

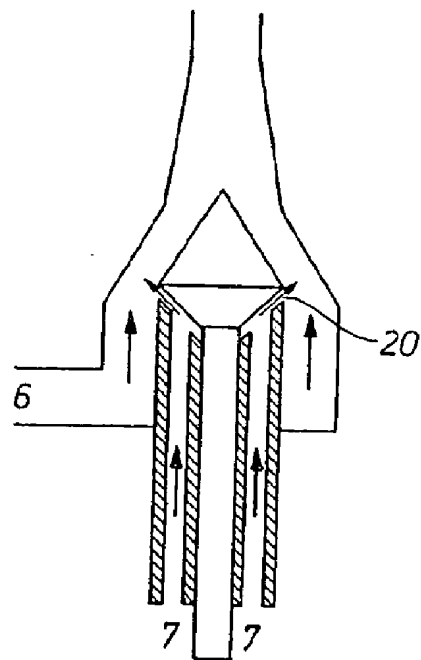


Fig. 6a

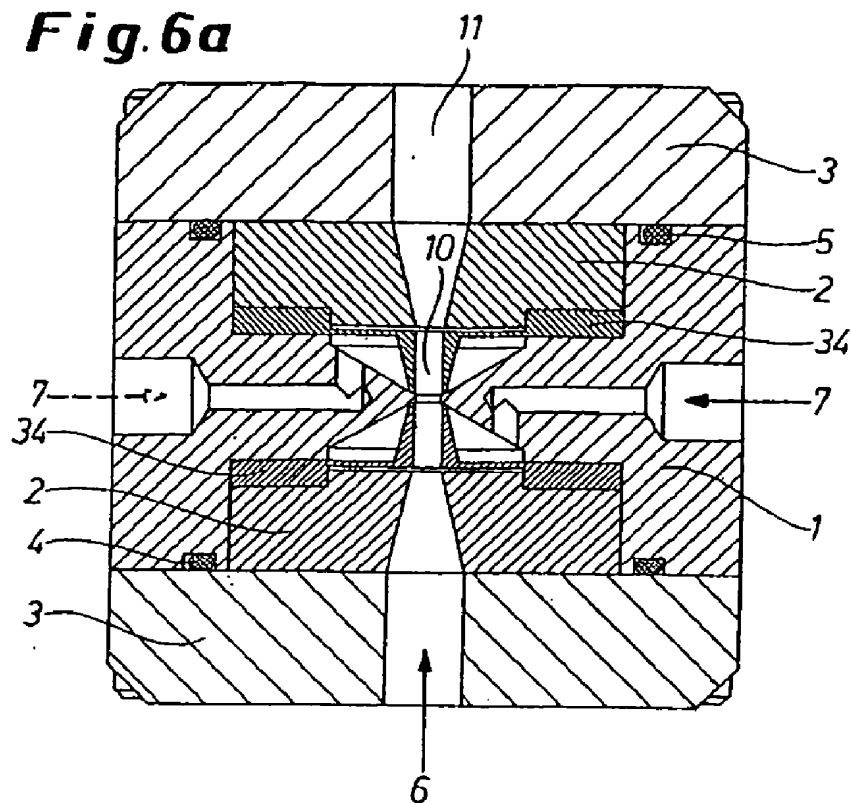


Fig. 6b

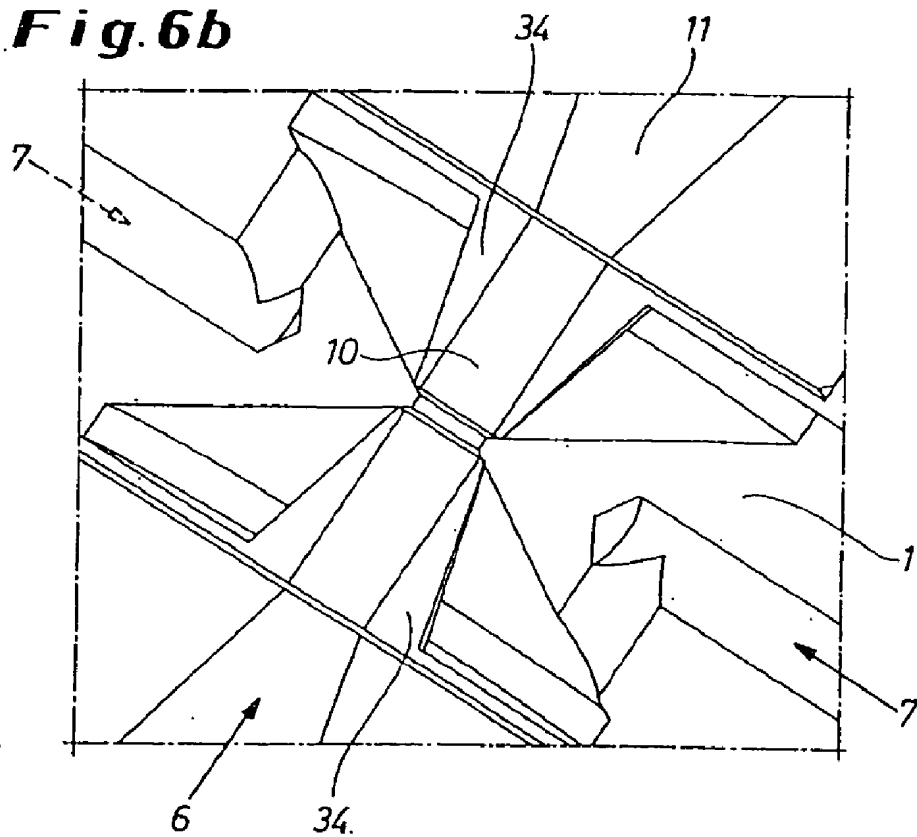


Fig. 6c

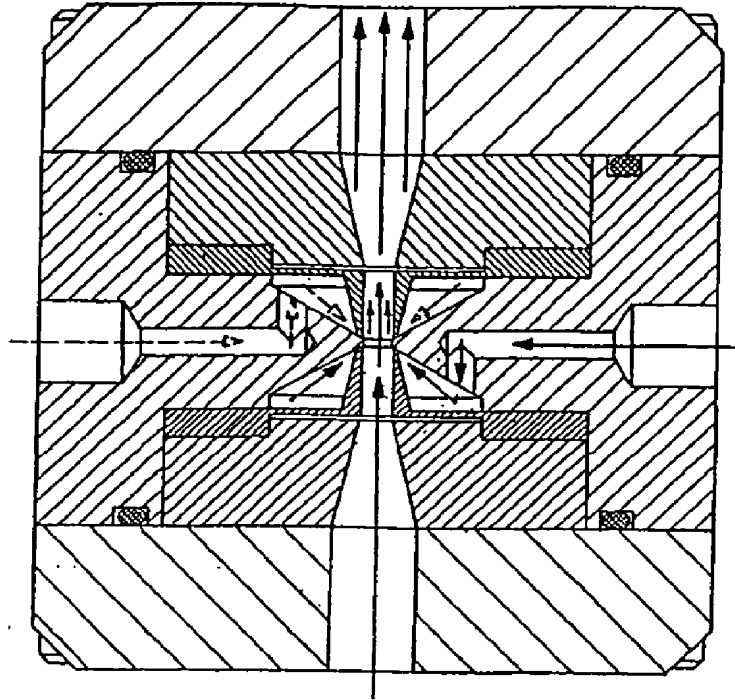


Fig. 6d

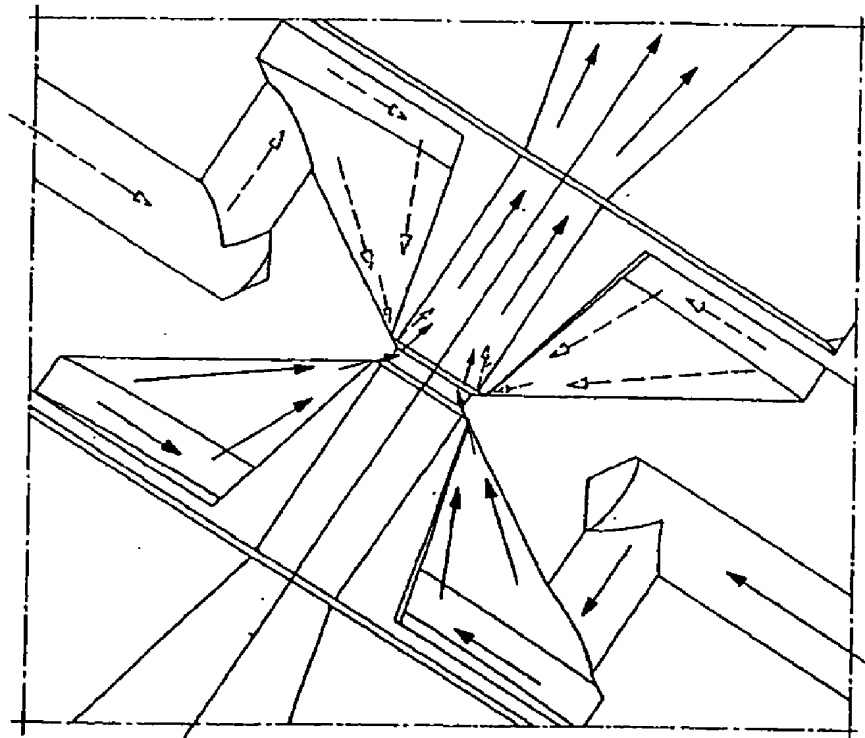


Fig. 7

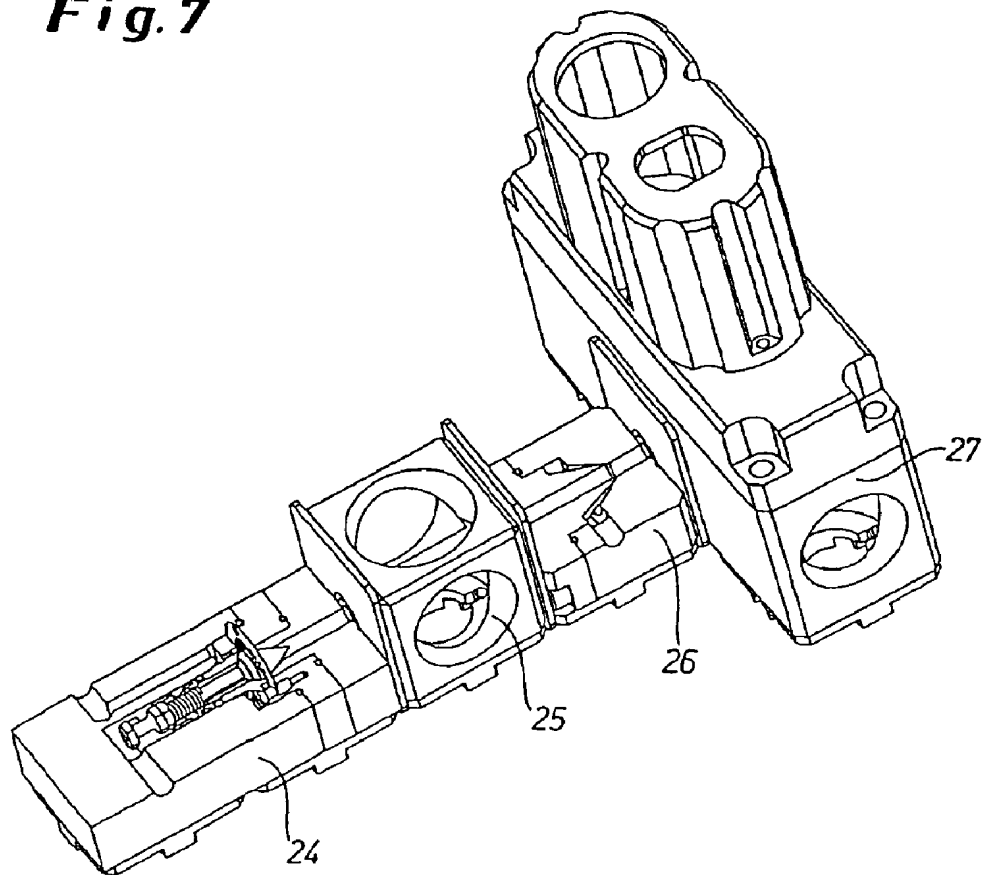


Fig. 8

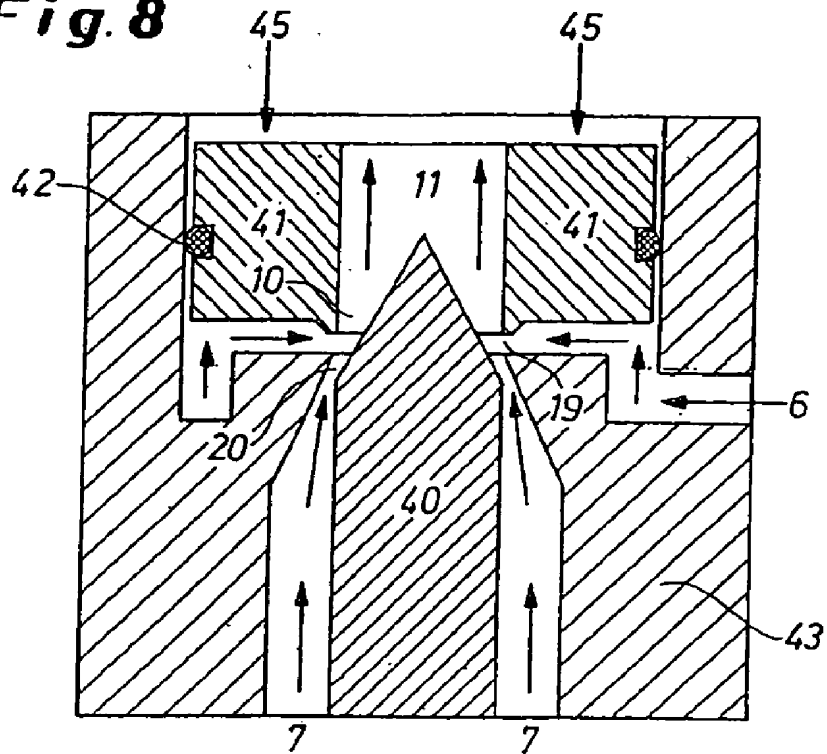


Fig. 9

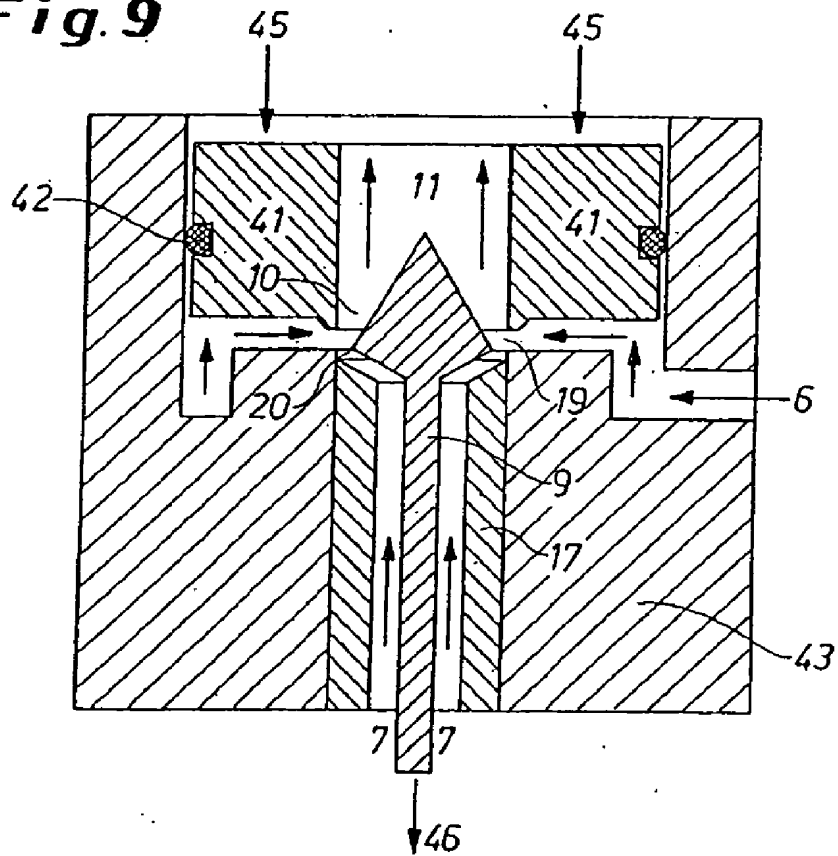


Fig. 10

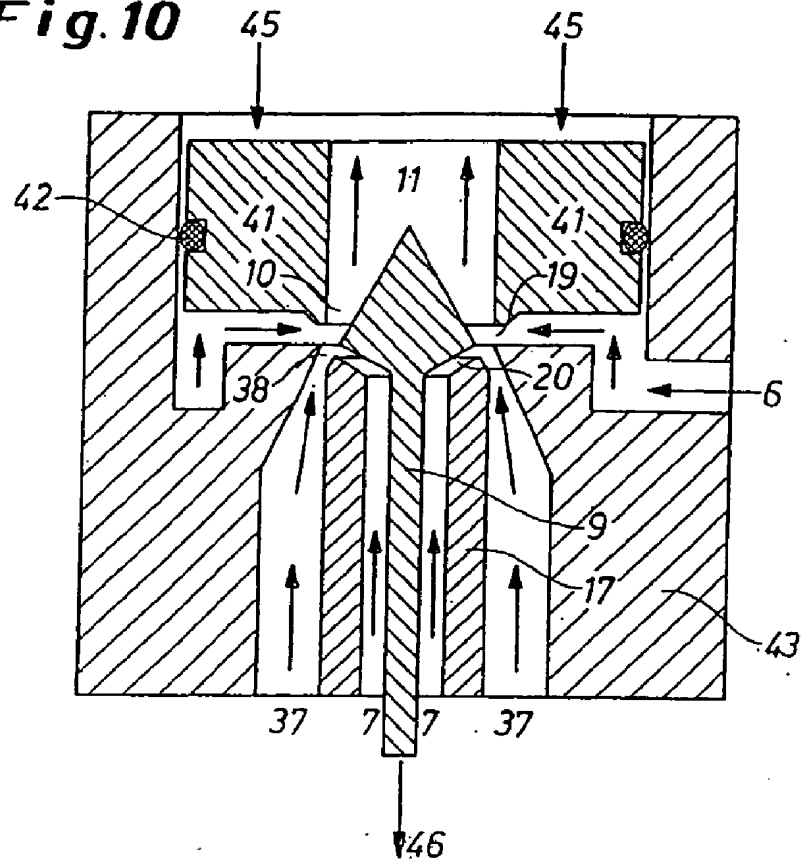
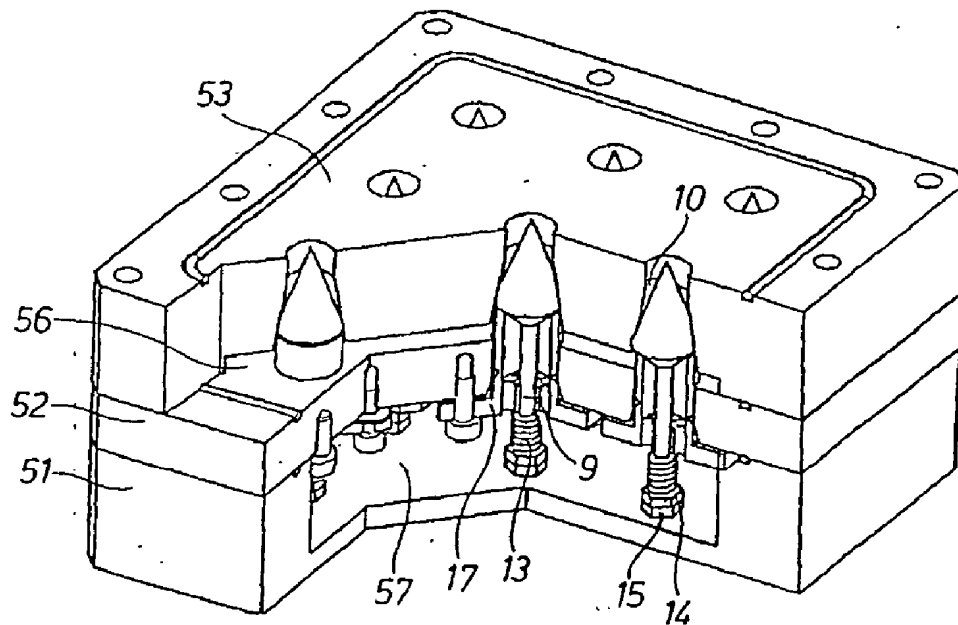


Fig. 11



MICROMIXER

[0001] The invention relates to a micromixer for mixing at least two fluids which react to form precipitates or suspensions.

[0002] The use of microstructured components in apparatus for mixing fluids achieves advantages in production quality and reduces the mixing times and size of the apparatus required, compared to conventional constructs. An essential feature of microstructured components is the small dimensions of the fluid channels, which typically lie in the range of between 10 and 5000 μm . For this reason, for example with multi-lamination mixers, it is possible to generate fine fluid lamellae between which rapid substance exchange can take place by diffusion owing to their small thickness. The small dimensions of the flow-carrying cross sections, however, demand special measures in order to protect them against deposits and clogging during operation. Particle filters are fitted in the delivery of such components, for example, the selection of the cut-off limit being adapted to the dimensions of the microstructure.

[0003] Other than because of particles which can enter a micromixer via the supply channels for the inflowing medium, there is also a risk of deposits and clogging owing to chemical-physical processes which take place in the components, for instance after mixing. For example, solid products may be formed by precipitation as a result of a neutralization reaction, by exceeding the solubility product or by crystallization of the reaction product during reaction of organic or inorganic compounds. DE 101 48 615 A1 discloses a method for carrying out chemical processes, in which two fluids that react to form precipitates or suspensions are brought together in a micromixer comprising fluid channels. In order to prevent clogging of the micromixer, the at least two fluids are introduced into a mixing chamber or reaction section while being separated from one another by a further separating fluid. Premature reaction of the fluids is thereby avoided and delayed until a noncritical region of a mixer device. Another way of avoiding deposits and clogging in the microstructures is described in DE 202 18 972 U1. There, the components of a static lamination micromixer are designed so that they are readily accessible and easy to clean. Suspensions can still be handled straightforwardly in microstructured components, with clogging being prevented, if the dimensions of the microstructures are significantly greater than the maximum occurring particle dimensions. In connection with methods for packaging organic pigments, it is therefore recommended in DE 100 31 558 A1 to dimension the microstructured regions inside a reactor so that the smallest internal width of the microstructures is advantageously about ten times greater than the diameters of the largest particles. This also increases the characteristic dimensions of the components, however, so that these are often referred to as minireactors instead of microreactors. Even though these measures may provide assistance with respect to the risk of clogging, they also often reduce the utility offered by the microstructures for process control and product quality. In any event, dead volumes and sharp deviations in the wall should be avoided in order to avoid deposits in the outflow zone of a mixer or reactor. If clogging nevertheless takes place, then active cleaning measures can provide assistance. DE 101 43 189 A1 describes a method and a device for cleaning micro- and minireactors alongside the process. The micro- or minire-

actor is cleaned cyclically or with the aid of a controller by a controlled pressure increase with a subsequent abrupt relaxation or by a gas pressure impulse. Wall deposition which, for example, has been formed from solids involved in the chemical synthesis or physical process, is thus removed almost completely. In addition or as an alternative to such cleaning methods, particular design measures and special types of process control are also known which prevent the formation of wall deposits and clogging of the microstructured components. As already mentioned above, the use of a separating fluid is known from DE 101 48 615 A1. The separating fluid, however, may detrimentally affect the reaction by leading to dilution of a single-phase mixture and reducing the supersaturation for precipitation reactions, and therefore the yield of the reaction. Furthermore, such a separating fluid must subsequently be removed from the product flow. DE 101 19 718 A1 describes a structure for preparing inhalable pharmaceutical compositions, which consists of a micromixer, a segmenter and a subsequent holding section. For example, two liquid components are mixed in the micromixer and distributed into individual units in the segmenter, the individual units being separated from one another by another phase. This two-phase system is then heated in a holding section in order to induce the reaction which leads to formation of the solid. Segmentation of the reacting phase in this case prevents the formation of sizable aggregates. It is furthermore known to use flow effects in order to generate small solid units. For instance, EP 1 165 224 B1 describes another way in which at least two liquid media are fired at each other from micronozzles in a thin jet at a high pressure. Fine droplets are thereby generated at the collision point, in which physicochemical reactions then take place and whose size also determines the size of the solid reaction products. These are discharged by an auxiliary flow, which may be a gas or a liquid, and which subsequently needs to be removed. DE 198 51 253 A1 describes the preparation of bisphenol A by using controlled turbulence. The turbulence is generated by suitable flow control and can be used to adjust the shape and size of the particles. EP 0 913 187 B1 describes a method for continuous polymerization with a micromixer for reaction liquids. In order to produce polymers there, two or more monomers are sprayed from nozzles and brought together in one or more steps. The mixtures are then conveyed out of the mixing chamber by means of pressure. The point where two fluid jets strike each other lies at a short distance from the nozzles by which the fluids are sprayed onto each other at an angle, so that clogging of the nozzles can be prevented. WO 01/62374 A2 describes a method for producing nanosuspensions. In this case, after they are mixed in a mixing chamber, the fluids enter a nozzle which they leave via an outflow channel. The mixing is achieved by turbulence, so that deposits and clogging of the microstructures are thereby prevented.

[0004] In summary, it may be stated that the previously used solutions consist in the following measures against deposits and clogging of the microstructures: The components of the microstructures are designed so that they are readily accessible and easy to clean, they are also made much bigger than the particles, holding sections and additional channels for auxiliary flows may furthermore be provided. The methods for avoiding deposits and clogging in microreactors propose cleaning alongside the process, suitable flow controls, mixing far from the supply channels or

generation of turbulence. A feature common to all the measures is that they compromise the efficiency of the microreactors or entail large additional outlay.

[0005] It is an object of the present invention to provide a micromixer for mixing at least two fluids, which ensures rapid and efficient mixing of the fluids and at the same time has good resistance to undesired deposits and clogging in the microstructures.

[0006] The object is surprisingly achieved by the micromixer according to the invention.

[0007] The invention therefore relates to micromixers for mixing at least two fluids which react to form precipitates or suspensions, having a first channel for supplying a first sub-flow (6) and having a second channel for supplying a second sub-flow (7), which open in flat, preferably narrow entry gaps (19, 20) into a mixing and reaction zone (10) and leave the mixing and reaction zone (10) via an outlet channel (11), characterized in that a reflux barrier (9, 17) is arranged between the mixing and reaction zone (10) and at least one channel for supplying a sub-flow (6, 7, 37). One of the entry gaps preferably has a reflux barrier formed in the region where it opens into the reaction zone.

[0008] The micromixer according to the invention for mixing at least two fluids which react to form precipitates or suspensions has a first channel for supplying a first sub-flow and a second channel for supplying a second sub-flow. Both channels preferably open in narrow entry gaps into a mixing and reaction zone and leave it via an outlet channel. A reflux barrier is arranged between the mixing and reaction zone and at least one channel for supplying a sub-flow. It is found to be an advantage of the micromixer according to the invention that no reflux flows occur in the mixing and reaction zone. This avoids the concomitant precipitation reactions in the inlet regions of the mixing and reaction zone. The primary nucleation for the subsequently occurring precipitations and crystallization processes takes place in the mixing and reaction zone. In order to produce finely disperse solids, as occur in precipitation or suspensions, it is necessary to achieve high nucleation rates. In industrial processes, high shear rates are therefore produced in corresponding mixing and reaction zones by rapid flows or intensive stirring. High nucleation rates can be achieved with the aid of microstructured components when fine fluid jets are injected into a flowing fluid. The fluids supplied may themselves already contain particles.

[0009] Advantageous embodiments of the micromixer are the subject-matter of the dependent claims.

[0010] Uniform growth of seeds that are formed to give a consistent particle size requires that the mixing and reaction zone be followed by a uniform flow field with low speeds. This is advantageously produced by an outlet channel with a smooth and widening geometry.

[0011] The reflux barrier of the micromixer is preferably designed as a non-return valve or as a membrane arrangement. The prestress of the spring of the non-return valve may be adjusted with the aid of mechanical means. In a particularly advantageous embodiment, the spring prestress and/or the spring constant and therefore the response pressure or the opening behavior of the non-return valve are externally adjusted during operation of the mixer. Particularly when the non-return valve is incorporated into an external control

loop, it proves advantageous to use electrical, pneumatic, hydraulic or electromagnetic drives for the non-return valve.

[0012] In another advantageous embodiment of the mixer, the width of at least one of the inlet gaps and/or the characteristic dimensions of the mixing and reaction zone can be adjusted continuously or step-wise. The adjustment of these quantities may be carried out using a mechanical, pneumatic, hydraulic, piezoelectric, electrostatic or electromagnetic drive. In a particularly advantageous embodiment of the mixer, these quantities can furthermore be incorporated as control variables into a control loop.

[0013] Preferably chemical or physical properties of the mixing or reaction product are employed as control variables for adjusting the response pressure or opening behavior of the non-return valve, the width of at least one of the entry gaps and/or the characteristic dimension of the mixing and reaction zone, particularly ones which can be determined by a rapid online measurement, for example temperature, color, light scattering or absorption behavior, pH or electrical conductance.

[0014] The entry gaps for the various sub-flows may be arranged linearly—in which case preferably also parallel—or radially, or in a curved fashion—in which case preferably annularly concentrically or axially in sequence. Linearly arranged entry gaps are particularly advantageously suitable for producing micromixers according to the invention for high volume flows, for example more than a few hundred l/h. In the case of a likewise advantageous annular concentric arrangement, the reflux barriers may be both a component of the inner and/or outer channel. The functionality of the mixer is described in FIGS. 1 to 5 for the case in which the non-return valve is a component of the inner channel. The functionality of the mixer is described in FIG. 6 in the case of another advantageous embodiment with two annular entry gaps provided with membrane valves as reflux barriers in an axial arrangement. The likewise advantageous case of a non-return valve formed in the outer entry gap is represented in FIG. 8.

[0015] In another preferred embodiment of the invention, the micromixer consists of at least one inwardly lying non-return valve and one outwardly lying non-return valve, see FIG. 9. The embodiment of the invention as represented in FIG. 10 also makes it possible to mix more than two components.

[0016] The supply for flows entering the mixing and reaction zone may be spread out in various ways by a corresponding configuration of the flow control, which increases the mixing rate and therefore the nucleation rate. Plates provided with slots, for example plates (16) provided with radial slots, which divide the sub-flow or sub-flows into a multiplicity of sub-streams, are fitted in a preferred embodiment of the invention as represented in FIGS. 1d, 2b, 3a and 3b. In another embodiment of the invention, particular structures, for example corrugation, are applied onto the channel walls or, as represented in FIG. 4, onto the edge of the non-return valve directly in the inflow region of the respective sub-flow.

[0017] In another advantageous embodiment of the micromixer according to the invention, the reflux barrier is electrically, pneumatically, hydraulically or electromagnetically drivable. An embodiment in which the reflux barrier can be

moved periodically at a high frequency by an outer exciter is in this case particularly advantageous. Design as a non-return valve with a lightweight valve disk and periodic excitation by a piezo-oscillator or electromagnet is particularly preferred here. Frequencies in the megahertz range are particularly preferred as excitation frequencies.

[0018] For using the mixer according to the invention with high volume throughputs of the incoming sub-flows, it is preferable to use a mixer unit consisting of a plurality of parallel-operated identical arrangements of entry gaps respectively with separate reflux barriers and mixing zones in a common housing and with a common fluid supply; the fluid supply to the individual arrangements is preferably configured, and the opening pressures of the individual reflux barriers are matched to one another, so that the same mixing and flow conditions prevail in all the mixing zones of the mixer unit during operation.

[0019] The micromixer according to the invention is preferably produced by methods of precision engineering and microfabrication technology. This covers all conventional methods, for example material-removing processing, spark erosion or material processing with laser radiation. If a non-return valve is used as the reflux barrier, then its sealing effect is advantageously achieved by fitting an elastomer seal. In another advantageous embodiment, the sealing effect of the non-return valve is achieved by grinding the valve cone into its seat. This form of sealing is particularly advantageously suitable when the mixer is intended to be used at high temperatures.

[0020] The micromixer may advantageously be made from the materials customary in process technology, such as stainless steels, nickel-based alloys, titanium or tantalum. Particularly when the micromixer is used at high temperatures or with corrosive media, however, it is also preferable to use ceramic materials such as, for example, aluminum oxide, zirconium oxide, silicon nitride, aluminum nitride or silicon carbide.

[0021] The microreactors according to the invention are preferably used for crystallization and precipitation reactions.

[0022] When substances that spontaneously crystallize enter the micromixer, it is expedient to provide the reflux barriers with cleaning pins, which preferably have a needle-like tip. The cleaning pins remove any deposits from the microstructures during each opening and closing process. The cleaning pins may be inserted into a relevant outlet opening counter to the flow direction or in the flow direction. It proves particularly advantageous for any deposits to be pressed out by the cleaning pins in the flow direction. Deposits may also be removed from the microstructures in the course of operation with the aid of the cleaning pins by briefly actuating the reflux barriers. Operation does not need to be interrupted for this. The brief closing for cleaning purposes may be initiated manually, via deliberately applied pressure variations or via an external control loop.

[0023] The sub-flows may be supplied in a circular or annular cross section at a high pressure and from fine nozzles. Since crystallization processes which are influenced by the shear gradients take place in the various phases, it is advantageous for the sub-flows to meet one another at various angles in order to produce different velocity gradi-

ents between the sub-flows. The sub-flows preferably meet one another at an angle of between 5 and 175°. If the sub-flows meet one another at acute angles, then a principal component of their motion points in the outflow direction so that the relative velocities of the individual sub-flows slowly approach one another. In this way, high shear gradients can be produced at the injection point in order to favor the nucleation. The subsequent reduction of the relative velocities has a favorable effect on the crystal growth. If one sub-flow is injected at a right angle then it is possible to produce high velocity gradients in the vicinity of the dosing point, which results in a high nucleation rate. A first sub-flow can subsequently be moved through a second sub-flow in the outflow direction, the relative velocity between the sub-flows being reduced. The nucleation rate can be further increased if the injection takes place at an obtuse angle, for example 175°. In this case, the greatest velocity gradients occur at the injection point.

[0024] Crystallization and precipitation products need further treatment in many cases, for example in order to regulate the pH in the product flow by subsequently adding an acid or an alkali or in order to control the crystal size with the aid of inhibitors or stabilizers. Further dosing points are often necessary for this. These may be produced in one or more successively connected apparatus. In this context, it may also be necessary for the inflowing media, an entire component, the mixing and reaction zone or other subsequent components to be thermally regulated in a controlled way.

[0025] It is possible to influence the particle size of the crystallization or precipitation products which are formed by rendering the cross section of the outlet channel regular or irregular. Owing to their different density from the medium, the precipitation products usually move at a slower speed than the flowing liquid. Acceleration of the flow takes place at a constriction, and the flow slows down at a widening. In this way, it is possible to deliberately apply velocity gradients which cause breakdown or enlargement of large aggregates.

[0026] Precipitation and crystallization products are inclined to deposit on the walls of the micromixer as a function of their properties, the wall roughness and the flow conditions. It therefore proves favorable to enclose the outflowing products in the outlet channel in an envelope stream, which is delivered as a closed film between the wall of the outlet channel and the outflowing product.

[0027] In another advantageous embodiment of the micromixer, it is made from a material particularly resistant to adhesions in the region of the outlet channel, for example PTFE, the wall of the outlet channel is coated with such a material and/or the surface of this wall is rendered particularly smooth, for example by the use of polishing or an electropolishing method.

[0028] In order to generate particles or nanoparticles, at least one of the sub-flows supplied to the mixer is preferably a liquid, a gas, a condensed gas, a supercritical solvent, a mist, a gas with solid, optionally catalytically active components or an emulsion, or a medium which forms in the mixer as a result of the processes taking place in the mixing zone.

[0029] For precipitation reactions, for example, the reaction may be interrupted by supplying a further flow or

further layers of other solids may be applied onto particles generated by the precipitation.

[0030] In this way, the mixer is advantageously suitable *inter alia* for generating particles or nanoparticles with a plurality of layers of different substances arranged in a concentric sequence. In order to influence the particle size and for the purpose of transferring the generated particles into another fluid phase, surface-active substances may furthermore be supplied to the product flow.

[0031] The mixer according to the invention also makes it possible to produce nanoparticles in the gas phase, in which case at least one of the supplied sub-flows may already contain finely distributed particles such as, for example, nanoparticles with catalytic action. In this way, for example, the mixer can advantageously be used in order for gaseous hydrocarbons supplemented with catalytically active nanoparticles to be mixed with ammonia gas, so as to generate particle nanotubes by chemical reaction of the mixture generated in this way.

[0032] The mixer can furthermore advantageously be used for the in-situ production of emulsions, which consequently can then also be used for carrying out precipitation and crystallization reactions and for the production of nanoparticles, if they are very unstable.

[0033] Another advantageous use of the mixer consists in the precipitation or crystallization of particles by using supercritical solvent as well as highly compressed or condensed gases, since the micromixer particularly advantageously makes it possible to operate at high pressures. In the case of such a use, the mixing product may advantageously be cooled downstream behind the mixer by adiabatic expansion of the carrier medium. Such cooling can be carried out very rapidly and thereby advantageously induce rapid nucleation, or the chemical reaction or further particle growth may be terminated very shortly after onset of the particle growth.

[0034] These uses are likewise the subject-matter of the invention.

[0035] For more complex, for example multi-stage reactions, the mixer according to the invention may also be combined with further components which are necessary for the construction of a microreaction system, for example heat exchangers, electrical heating modules (27), thermal insulators (25), further dosing points (26) or mixers capable of carrying flow, for example envelope flow mixers, control units etc. as well as measuring instruments, for example in order to determine temperatures, pressures, pH, electrical or optical properties of the substances flowing through. Particularly downstream of the micromixer, it is preferable to use those components which are not clogged or otherwise compromised in their function by the particles generated in the mixer and/or can be removed and cleaned with little outlay.

[0036] Dosing points arranged downstream behind the mixer may also be used for thermally regulating the product flow, by supplying a suitably thermally regulated liquid to it.

[0037] The micromixer according to the invention will be explained by way of example with reference to the following figures, in which:

[0038] FIG. 1a shows a micromixer according to the invention, in particular a valve mixer, with a non-return valve in longitudinal section,

[0039] FIG. 1b shows an enlarged view of the micromixer in FIG. 1a in the vicinity of the mixing and reaction zone

[0040] FIG. 1c shows the flow paths in the micromixer of FIG. 1a,

[0041] FIG. 1d shows the flow paths in the enlarged view of FIG. 1b,

[0042] FIG. 2a shows a spacer disk for adjusting the height of the entry gap for the first sub-flow,

[0043] FIG. 2b shows a spacer disk with a microstructured configuration,

[0044] FIG. 3a shows a perspective view of the mixing and reaction zone of the micromixer with a non-return valve,

[0045] FIG. 3b shows a cross section through the mixing and reaction zone in FIG. 3a,

[0046] FIG. 4 shows a longitudinal section through a valve plunger with a microstructured configuration of the surface, with an enlarged view in the vicinity of the wall,

[0047] FIG. 5a shows a longitudinal section through a valve mixer with a narrow first entry gap and a closed non-return valve,

[0048] FIG. 5b shows a longitudinal section through the valve mixer of FIG. 5a with an opened non-return valve,

[0049] FIG. 5c shows a longitudinal section through a valve mixer with a wide first entry gap and a closed non-return valve,

[0050] FIG. 5d shows a longitudinal section through the valve mixer of FIG. 5c with an opened non-return valve,

[0051] FIG. 6a shows a micromixer according to the invention with a membrane arrangement in longitudinal section,

[0052] FIG. 6b shows an enlarged view of the micromixer in FIG. 6a in the vicinity of the mixing and reaction zone,

[0053] FIG. 6c shows the flow paths in the micromixer of FIG. 6b,

[0054] FIG. 6d shows the flow paths in the enlarged view of FIG. 6b,

[0055] FIG. 7 shows a valve mixer according to the invention in combination with a further dosing point and a heated outlet channel,

[0056] FIG. 8 shows a valve mixer with an outwardly lying non-return valve,

[0057] FIG. 9 shows a valve mixer with an outwardly lying non-return valve and an inwardly lying non-return valve,

[0058] FIG. 10 shows a valve mixer with an inwardly lying non-return valve and an outwardly lying non-return valve, which has formed an additional flow channel and entry gap for supplying a further sub-flow,

[0059] FIG. 11 shows a valve mixer for large volume flows, which is designed as a parallel arrangement of a plurality of identical valve mixer units in a common housing

with a common supply of the sub-flows as well as a common discharge of the mixing product.

[0060] FIG. 1a represents a valve mixer according to the invention in a longitudinal section. The valve mixer consists of a base body 1, a middle part 2 and a cover 3. These three elements are externally sealed by two O-rings 4, 5. The first O-ring 4 is arranged between the base body 1 and the middle part 2, and the second O-ring 5 lies between the middle part 2 and the cover 3. The two sub-flows 6, 7 enter the base body 1 from the left and from the right. They are respectively indicated by horizontally extending black arrows. The first sub-flow 6 is fed upward in the left-hand region of the base body 1 through a bore, which opens into an annular channel 8 for the first sub-flow 6. From the annular channel 8, the first sub-flow 6 enters a mixing and reaction zone 10 just above a valve plunger 9. The second sub-flow 7 is fed centrally through the micromixer. It flows around the valve plunger 9 and is delivered via a plurality of bores 12 to the lower side of the head of the valve plunger 9, from where it enters the mixing and reaction zone 10. The reaction mixture, consisting of the first sub-flow 6 and the second sub-flow 7, is discharged via an outlet channel 11. The valve plunger 9, the mixing and reaction zone 10 and the outlet channel 11 are designed rotationally symmetrically. The force necessary to displace the valve plunger 9 upward is established by adjusting a coil spring 13, a nut 14 and a counter-nut 15. This force must be applied by the pressure difference which exists between the pressure in the bores 12 for the second sub-flow 7 and the mixing and reaction zone 10. This pressure difference displaces the valve plunger 9 upward and frees the path for the second sub-flow 7 into the mixing and reaction zone 10. If a pressure drop occurs in the bores 12, or if the pressure increases greatly in the mixing and reaction zone 10 or in the outlet channel 11 owing to deposits and clogging, then the valve plunger 9 is pressed downward against the valve body 17 in order to prevent reflux flow from the mixing and reaction zone 10 into the supply region for the second sub-flow 7. The micromixer is thus equipped with a reflux barrier in the form of the non-return valve for the second sub-flow 7. The sealing effect can be further improved if an elastomer seal (not shown here) is fitted between the valve plunger 9 and the valve body 17. The valve body 17 is sealed against the base body 1 by an O-ring 18, so as to prevent mixing of the two sub-flows 6, 7 outside the mixing and reaction zone 10. Between the valve body 17 and the middle part 2 of the micromixer, there is a flat spacer disk 16 which is designed with various thicknesses, for example with a thickness of between 20 and 5000 μm . Varying the disk thickness of spacer disk 16 changes the width of the gap between the valve body 17 and the middle part 2, from which the first sub-flow 6 flows into the mixing and reaction zone 10.

[0061] FIG. 1b represents an enlarged view of the vicinity of the mixing and reaction zone 10 of the micromixer in FIG. 1a. The guiding of the two sub-flows 6, 7 can be seen particularly clearly here. The first sub-flow 6 passes from the annular channel 8 via a first entry gap 19, the width of which is determined by the spacer disk 16, into the mixing and reaction zone 10. Owing to the uniform thickness of the first entry gap 19, the first sub-flow 6 flows out of the valve body 17 as a continuous film. Behind this, the first sub-flow 6 strikes the second sub-flow 7 likewise emerging as a continuous and uniform film. The second sub-flow 7 emerges from a second entry gap 20 between the valve

plunger 9 and the valve body 17. The two sub-flows 6, 7 formed as films consequently flow mutually parallel through the mixing and reaction zone 10 to the outlet channel 11. An improvement of the mixing quality is achieved when the spacer disk 16 is microstructured.

[0062] FIGS. 1c and 1d respectively depict the flow paths in FIGS. 1a and 1b. Reference numerals have been omitted. The flow paths are respectively represented by the black arrows.

[0063] FIGS. 2a and 2b' respectively represent spacer disks 16 such as those used for adjusting the height of the first entry gap 19 between the valve body 17 and the middle part 2 for the first sub-flow 6. The spacer disk 16 of FIG. 2b differs from that in FIG. 2a in that it additionally comprises a microstructured configuration in the region of the first entry gap 19 for the first sub-flow 6. An improvement of the mixing of the two sub-flows 6, 7 can be achieved by the spacer disk 16 in FIG. 2b, since the continuous film of the first sub-flow 6 is decomposed into a plurality of individual streams and the speed of these individual streams at the first entry gap 19 is significantly increased, so that the streams enter the second sub-flow 7 and are enclosed by it. This utilizes the advantages of microtechnology for generating small fluid lamellae, without deposits and clogging of the microstructures occurring.

[0064] FIGS. 3a and 3b represent flow paths in the mixing and reaction zone 10. FIG. 3a is a perspective view of the mixing and reaction zone 10, a spacer disk 16 according to FIG. 2b having been used. The first sub-flow is indicated by black arrows 6, and the second sub-flow 7 is represented by white arrows. It can be seen that the first sub-flow 6 has been decomposed into a plurality of individual streams, which are respectively enclosed by the second sub-flow 7. FIG. 3b depicts a cross section through the mixing and reaction zone 10 of FIG. 3a with the corresponding flow paths of the first sub-flow 6 and the second sub-flow 7.

[0065] FIG. 4 represents a valve plunger 9 with a structured microsurface 21. The structured microsurface 21 is circled and shown enlarged in a circle on the right. The structured microsurface 21 divides the second sub-flow 7, otherwise emerging from the second entry gap 20 as a closed fluid film between the valve plunger 9 and the valve body 17, into a plurality of individual streams. The structures of the structured microsurface 21 are preferably between 50 and 3000 μm high, and they are arranged in the mixing and reaction zone 10 so that the bars bear on the wall when the valve plunger 9 is closed, so that the second sub-flow 7 is actually distributed into separate individual streams. A field with very high velocity gradients, as measured over the flow cross section of the second sub-flow 7, is thereby generated. This favors mixing of the first sub-flow 6 with the second sub-flow 7.

[0066] FIGS. 5a to 5d respectively represent a longitudinal section through a micromixer with a non-return valve as the reflux barrier. FIGS. 5a and 5b show a micromixer with a narrow first entry gap 19. In FIG. 5a the non-return valve is closed, and in FIG. 5b the non-return valve is opened and frees a second entry gap 20 for the second sub-flow 7. FIGS. 5c and 5d represent a micromixer with a wide first entry gap 19. In FIG. 5c the non-return valve is closed, and in FIG. 5d the non-return valve is opened and frees a second entry gap 20 for the second sub-flow 7. Owing to the narrow first entry

gap 19 in FIG. 5b, the first sub-flow 6 experiences a much higher velocity than in the case of FIG. 5d with a wide first entry gap 19. Via a screw thread or a comparable external instrument, it is possible to vary the width of the first entry gap 19 and therefore also the width of the gap 30, in which the two sub-flows 6, 7 converge, which corresponds in its downstream extension to the mixing and reaction zone.

[0067] FIG. 6a shows a micromixer according to the invention with a membrane body 34 as a reflux barrier in longitudinal section. In this micromixer, three sub-flows 6, 7, 37 are mixed together. This micromixer also comprises a base body 1, a middle part 2 and a cover 3. The cover 3 consists of an upper half and a lower half, and the middle part 2 likewise consists of an upper part and a lower part. The second and third sub-flows 7, 37 are respectively delivered to the mixing and reaction zone 10 via a reflux barrier in the manner of a membrane body 34. Various materials may be envisaged for the membrane body 34. Via various wall thicknesses of the membrane body 34 and different elasticity of the material, it is possible to adjust the required opening force to be applied by the pressure difference. This is comparable to the adjustment in the micromixer of FIG. 1a with a non-return valve, which is carried out via the coil spring 13, the nut 14 and the counter-nut 15. In this embodiment of the micromixer with a membrane body 34, either only one further sub-flow or both further sub-flows 7, 37 can be admixed to the first sub-flow 6. It is likewise conceivable for the first sub-flow 6 to entrain particles with it. The particles can pass unimpeded through the microstructure, since the micromixer has minimum dimensions in the range of between 500 and 3,000 μm .

[0068] FIG. 6b represents an enlarged view of FIG. 6a in the vicinity of the mixing and reaction zone 10.

[0069] FIGS. 6c and 6d depict the flow paths of FIG. 6a and FIG. 6b. Reference numerals have been omitted.

[0070] FIG. 7 represents a module 24 designed as a valve mixer, which is combined together with a further dosing point 26 and an electrical heating module 27 to form an integrated component. Between the module 24 designed as a valve mixer and the further dosing point 26, an insulation module 25 is provided for thermal decoupling of these neighboring components.

[0071] FIG. 8 represents an advantageous embodiment of the valve mixer with an annularly coaxial arrangement of the entry gaps 19, 20, in which the reflux barrier is formed in the region of the outer of the two entry gaps. The reflux barrier is produced by an axially mobile valve ring 41, which is sealed against the housing 43 by a piston seal 42 and is pressed against the opposing edge of the entry gap 19 by a closing force action 45. When the force exerted on the valve ring by the pressure of the first sub-flow exceeds the closing force action, then the entry gap 20 opens and the first sub-flow flows into the mixing and reaction zone 10.

[0072] FIG. 9 represents another advantageous embodiment of the valve mixer with an annularly coaxial arrangement of the entry gaps 19, 20, in which a reflux barrier is formed both in the region of the first entry gap and in the region of the second entry gap. The functional principles of the valve mixer embodiments represented in FIGS. 5 and 8 are advantageously combined together in this case.

[0073] FIG. 10 shows a likewise advantageous embodiment of the valve mixer, which is distinguished from the

embodiment represented in FIG. 9 in that third sub-flow 37 is supplied to the mixing and reaction zone 10 through a further annular entry gap 38, which is arranged between the entry gap 19 for the first sub-flow and the entry gap 20 for the second sub-flow.

[0074] FIG. 11 represents a parallel arrangement of a plurality of valve mixer units according to the invention in a common housing (51-53) with a common supply of the sub-flows, which can advantageously be used for mixing larger volume flows. Supply channels for the first sub-flow (56) and the second sub-flow (57) are arranged in two planes lying above each other in this embodiment. The opening pressure of the non-return valve is individually variable in each of the parallel-operated valve mixer units, in order to be able to adjust a uniform volume flow ratio of the sub-flows at all the mixer units. The mixing product leaves the individual mixer units in a common outlet channel, which is arranged in direct continuation above the module represented in FIG. 11.

LIST OF REFERENCES

- [0075] 1 base body
- [0076] 2 middle part
- [0077] 3 cover
- [0078] 4 first O-ring
- [0079] 5 second O-ring
- [0080] 6 first sub-flow
- [0081] 7 second sub-flow
- [0082] 8 ring channel for the first sub-flow
- [0083] 9 valve plunger
- [0084] 10 mixing and reaction zone
- [0085] 11 outlet channel
- [0086] 12 bores in the valve body the second sub-flow
- [0087] 13 coil spring
- [0088] 14 nut
- [0089] 15 counter-nut
- [0090] 16 spacer disk
- [0091] 17 valve body
- [0092] 18 third O-ring
- [0093] 19 entry gap for the first sub-flow
- [0094] 20 entry gap for the second sub-flow
- [0095] 21 microstructured surface of the valve plunger
- [0096] 24 module designed as valve mixer
- [0097] 25 insulation module for thermal decoupling of neighboring components
- [0098] 26 further dosing point
- [0099] 27 electrical heating module
- [0100] 30 distance
- [0101] 34 membrane body
- [0102] 37 third sub-flow

- [0103] 38 entry gap for third sub-flow
- [0104] 40 central cone
- [0105] 41 valve ring
- [0106] 42 piston seal
- [0107] 43 housing
- [0108] 45 closing force action on valve ring
- [0109] 46 closing force action on valve plunger
- [0110] 51 common base body
- [0111] 52 common middle part
- [0112] 53 common outlet plate
- [0113] 56 common supply channel for first sub-flow
- [0114] 57 common supply channel for second sub-flow

1. A micromixer for mixing at least two fluids which react to form precipitates or suspensions, having a first channel for supplying a first sub-flow (6) and having a second channel for supplying a second sub-flow (7), which open in flat entry gaps (19, 20) into a mixing and reaction zone (10) and leave the mixing and reaction zone (10) via an outlet channel (11), characterized in that a reflux barrier is arranged between the mixing and reaction zone (10) and at least one channel for supplying a sub-flow (6, 7, 37).

2. The micromixer as claimed in claim 1, wherein the reflux barrier is designed as a non-return valve.

3. The micromixer as claimed in claim 2, wherein the prestress of the non-return valve is provided by mechanical means (13, 14, 15).

4. The micromixer as claimed in claim 2, wherein the non-return valve is electrically, pneumatically, hydraulically or electromagnetically drivable.

5. The micromixer as claimed in claim 1, wherein the non-return valve is designed as a membrane arrangement.

6. The micromixer as claimed in claim 1, wherein deposits are cleaned from the reflux barrier in the course of operation

by cleaning pins, which insert into the opening uncovered by the reflux barrier during each opening and closing process and are essentially designed with a needle shape.

7. The micromixer as claimed in claim 1, wherein entry gaps (19, 20) for the sub-flows (6, 7, 37) are designed as narrow annular gaps, so that the sub-flows (6, 7, 37) meet each other as thin film layers.

8. The micromixer as claimed in claim 1, wherein the entry gaps (19, 20) are bounded by microstructured components (16, 9), which contribute to dividing the sub-flows (6, 7, 37) into individual sub-streams.

9. The micromixer as claimed in claim 1, wherein the outlet channel (11) has a smooth and widening geometry.

10. The micromixer as claimed in claim 1, wherein a feed for an envelope stream, which encloses the mixed sub-flows (6, 7, 37) when they emerge, is provided in the outlet channel (11).

11. The micromixer as claimed in claim 1, wherein the response pressure and/or the opening behavior of the reflux barrier, the width of at least one of the inlet gaps and/or the characteristic dimensions of the mixing and reaction zone are externally adjustable by mechanical, hydraulic, pneumatic, electrical or electromagnetic means and/or are automatically varied as control variables of an outer or inner control loop.

12. The micromixer as claimed in claim 1, wherein two or more valve mixer units according to the invention are arranged in a common housing with common supplies of the sub-flows and a common outlet channel, so that they can be operated in parallel.

13. The use of the micromixer as claimed in claim 1 for precipitation and/or crystallization reactions, the preparation of nanoparticles, carbon nanotubes, fullerenes or particles/nanoparticles having a plurality of layers of different substances arranged in a concentric sequence.

* * * * *